

ÉCOLE DOCTORALE

[Énergie-Matériaux-Sciences de la Terre et de l'Univers (EMSTU)/ Sciences et Techniques de l'Ingénieur (STI)]

UNITÉ de RECHERCHE

[Laboratoire de Mécanique Gabriel Lamé/ Laboratoire de Génie Civil]

THÈSE EN COTUTELLE INTERNATIONALE présentée par :

Soufien MOULA

Soutenue le 07 novembre 2023

POUR OBTENIR LE GRADE DE :

Docteur de l'université d'Orléans et l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tunis de l'université de Tunis El Manar

Discipline/ Spécialité : Génie civil

**Comportement à court et long termes des bétons à ultra-hautes performances (BUHP)
à base de laitiers des hauts fourneaux**

THESE DIRIGEE PAR :

M. Marwen BOUASKER**Mme. Naima BELAYACHI****M. Amor BEN FRAJ**

Maître de conférences HDR, Université d'Orléans

Professeur des universités, Université d'Orléans

Directeur de recherche, Cerema

RAPPORTEURS :

M. Atef DAOUD**Mme. Stéphanie BONNET**

Professeur des universités, Université de Sfax

Professeur des universités, Université de Nantes

JURY :

M. Farid BENBOUDJEMA**M. Atef DAOUD****Mme. Stéphanie BONNET****M. Marwen BOUASKER****Mme. Naima BELAYACHI****M. Amor BEN FRAJ****M. Nizar BEL HADJ ALI****M. Thomas WATTEZ****M. François CUSSIGH**

Professeur des universités, ENS Paris-Saclay

Professeur des universités, Université de Sfax

Professeur des universités, Université de Nantes

Maître de conférences HDR, Université d'Orléans

Professeur des universités, Université d'Orléans

Directeur de recherche, Cerema

Professeur des universités, Université de Gabès

Ingénieur R&D, Ecocem

Directeur Ingénierie du Matériau Béton, Vinci Construction

Président du jury

Rapporteur

Rapporteuse

Directeur de thèse

Co-directrice de thèse

Co-directeur de thèse

Co-encadrant

Examineur

Membre Invité

« L'une des meilleures façons d'aider quelqu'un est de lui donner une responsabilité et de lui faire savoir que vous lui faites confiance ».

Booker T. Washington

Dédicace

Je dédie cette thèse :

*À celle qui m'a donné la vie et l'envie de vivre, à celle qui m'a entouré de sa tendresse, à celle qui a attendu avec patience les fruits de sa bonne éducation, à ma très chère Mère, et merci pour avoir veillé sur moi.
Mon très cher père, conscient de tous les sacrifices, les efforts et la gentillesse qu'il m'a toujours apportés.*

Mes très chers frères et

À mes sœurs et leurs enfants

Ainsi qu'à toute la famille MOULA

À tous mes amis qui m'ont aidé de près ou de loin

À tous ceux qui ont coloré ma vie, j'exprime ma profonde gratitude.

Soufien

Comportement à court et long termes des bétons à ultra-hautes performances (BUHP) à base de laitiers des hauts fourneaux

Résumé :

Le béton à ultra-hautes performances (BUHP) est un type relativement nouveau de composite à base de ciment aux propriétés mécaniques et de durabilité les plus exceptionnelles. Cette thèse traite de la possibilité de développer un BUHP à faible empreinte carbone avec un taux élevé de remplacement du ciment (jusqu'à 50 %) par du laitier granulé de haut fourneau moulu (LHF) et une faible teneur en fumée de silice (FS). Dans cette étude, le ciment est remplacé par du laitier à 30 % et 50 % en volume. Des laitiers de deux finesses différentes sont utilisés, avec des finesses Blaine de 420 m²/kg (SL1) et 700 m²/kg (SL2), respectivement, à un rapport eau/liant (E/L) constant de 0,16 pour tous les mélanges. Les effets de la finesse et du dosage du laitier sur le comportement à court et long termes des BUHP sont étudiés.

Les résultats expérimentaux montrent qu'il est effectivement possible de produire des BUHP à base de SL2 avec un comportement similaire à celui des matériaux conventionnels à base de fumée de silice. Le remplacement partiel du ciment avec une faible teneur en laitier (30 %) réduit la demande en superplastifiant (SP) et accélère le processus d'hydratation et la prise. Avec une teneur élevée en SL1 (50 %), la teneur en SP augmente, ce qui retarde la réaction d'hydratation et la prise. Cependant, la maniabilité du BUHP contenant 50 % de SL2 a été considérablement améliorée. Un effet d'accélération a donc été observé. Les mélanges à base de SL2 (à un taux de remplacement de 30 %) présentent le retrait endogène le plus élevé. Les mesures de résistance à la compression indiquent qu'une teneur de 30 % en SL1 améliore légèrement la résistance à la compression du béton à 28 jours. En raison de sa réactivité relativement élevée, le SL2 augmente la résistance à la compression à 3 jours lorsqu'une faible teneur est utilisée. La résistance à la compression du mélange incorporant 50 % de SL2 était proche de celle du béton de référence après 28 jours d'hydratation. Les résultats montrent également que tous les BUHP testés ont une résistance à la traction par fendage supérieure à 6 MPa à 28 jours. La caractérisation de la microstructure a montré que tous les mélanges analysés ont une microstructure ultra-dense avec une porosité réduite. L'effet du laitier était plus visible à 30 % et 50 % de remplacement du ciment par du SL2 et avec la présence de particules de FS. Dans ce cas, la porosité de ces bétons a été extrêmement réduite et le réseau poreux est devenu plus fin, ce qui diminue leurs propriétés de transfert. À long terme, tous les mélanges présentent une durabilité très élevée car leurs matrices sont presque imperméables au dioxyde de carbone et aux chlorures.

D'un point de vue environnemental, le remplacement partiel du ciment par du LHF réduit l'empreinte carbone des BUHP. Pour 1 m³ de BUHP, l'incorporation de 50 % de laitier superfine (SL2) réduit les émissions de CO₂ d'environ 41 %, ce qui rend le SL2-50_{SP} plus durable que le béton de référence à base de FS. Cependant, cette teneur élevée en SL2 augmente le coût de production de 15 % par rapport au mélange de référence.

Mots clés : BUHP, LHF, Finesse, Hydratation, Retrait chimique, Retrait endogène, Résistance, Microstructure, Durabilité

Short and long-term behavior of ultra-high performance concretes (UHPC) based on blast furnace slag

Summary:

Ultra-High Performance Concrete (UHPC) is a relatively new type of cement-based composite with exceptional mechanical and durability properties. This work explores the possibility of developing a more sustainable UHPC with a high level of cement replacement (up to 50%) by ground granulated blast furnace slag (GGBS) and low silica fume (SF) content. In this study, cement is replaced by slag at 30% and 50% by volume. Slags of two different finesses are used, with Blaine finesses of 420 m²/kg (SL1) and 700 m²/kg (SL2), respectively, at a constant water-to-binder ratio (w/b) of 0.16 for all mixes. The effects of slag fineness and dosage on the early-age and long-term behaviour of UHPC are investigated.

Experimental results show that it is indeed possible to produce SL2-based UHPCs with a behaviour similar to that of conventional silica fume-based materials. Partial replacement of cement with low slag content (30%) reduces the need for superplasticizer (SP), promotes the hydration process and accelerates setting. With high SL1 content (50%), the SP content increases, resulting in a delay in the hydration reaction and setting. However, the workability of the UHPC containing 50% of SL2 was significantly improved. An acceleration effect was therefore observed. The SL2-based mixes (at 30% replacement level) show the highest autogenous shrinkage. Compressive strength measurements indicate that a 30% SL1 content slightly improves the compressive strength of the concrete at 28 days. Due to its relatively high reactivity, SL2 increases the compressive strength at 3 days at a low level. The compressive strength of the mix containing 50% of SL2 was close to that of the reference concrete after 28 days of hydration. The results also show that all the UHPCs tested have a splitting tensile strength greater than 6 MPa at 28 days. The microstructure characterization showed that all the mixes analysed have an ultra-dense microstructure with reduced porosity. The effect of slag was more pronounced at 30% and 50% of SL2 replacement and with the presence of SF particles. In this case, the porosity of these concretes was extremely reduced and the overall pore network became finer, reducing their transfer properties. In the long term, all mixes show superior durability as their matrices are almost impermeable to carbon dioxide and chloride.

From an environmental point of view, the partial replacement of cement with GGBS reduces the carbon footprint of UHPC. For 1 m³ of UHPC, the incorporation of 50% of superfine slag (SL2) reduces CO₂ emissions by about 41%, making SL2-50_{SP} more sustainable than the SF-based reference concrete. However, this high SL2 content increases the production cost by 15%, compared to the reference mix.

Keywords: UHPC, GGBS, Fineness, Hydration, Chemical shrinkage, Autogenous shrinkage, Strength, microstructure, Durability

Table des matières

Remerciements	10
Abréviations et notations.....	11
Introduction générale	13
Références	19
PREMIÈRE PARTIE : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE	22
<i>Chapitre 1 : Composition et propriétés des BUHP</i>	25
1.1. Introduction	25
1.2. Généralités sur les BUHP.....	25
1.3. Principes généraux de formulation des BUHP	28
1.3.1. Amélioration de l'homogénéité.....	28
1.3.2. Amélioration de la compacité.....	28
1.3.3. Amélioration de la microstructure.....	29
1.3.4. Amélioration de la ductilité.....	30
1.4. Constituants du mélange BUHP	31
1.4.1. Le ciment.....	31
1.4.2. Le sable.....	31
1.4.3. Les additions.....	32
1.4.3.1. La fumée de silice (FS).....	32
1.4.3.2. Le laitier de haut fourneau (LHF).....	34
1.4.3.3. Le quartz concassé (QC)	37
1.4.4. L'eau (E) et le superplastifiant (SP).....	38
1.4.5. Les fibres	39
1.5. Propriétés constructives des BUHP.....	39
1.5.1. Propriétés rhéologiques	39
1.5.2. Propriétés mécaniques	42
1.5.3. Propriétés de durabilité.....	46
1.5.3.1. La porosité.....	46
1.5.3.2. La carbonatation	49
1.5.3.3. Diffusion des ions chlore	51
1.6. Conclusion.....	53
Références	54
PREMIÈRE PARTIE : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE	60
<i>Chapitre 2 : Déformations endogènes des BUHP</i>	63
2.1. Introduction	63
2.2. Processus d'hydratation.....	64
2.2.1. Hydratation du ciment Portland.....	64
2.2.2. Hydratation des mélanges à base de laitier.....	68
2.2.3. Hydratation du BUHP	71
2.3. Microstructure du BUHP.....	76
2.4. Déformations endogènes du BUHP au jeune âge.....	81
2.4.1. Retrait chimique	82
2.4.2. Retrait endogène.....	85
2.5. Conclusion.....	90
Références	92

DEUXÈME PARTIE : PROGRAMME EXPÉRIMENTAL	97
<i>Chapitre 3 : Matériaux et procédures expérimentales</i>	100
3.1. Introduction	100
3.2. Sélection des matières premières	102
3.2.1. Ciment	102
3.2.2. Additions	103
3.2.3. Sable de quartz (SQ)	104
3.2.4. Eau (E) et superplastifiant (SP)	104
3.3. Mise au point des formulations	105
3.3.1. Composition des formulations	105
3.3.2. Séquence de malaxage	108
3.3.3. Confection et conditions de conservation des éprouvettes	109
3.4. Méthodes d'essais	111
3.4.1. Maniabilité	111
3.4.2. Chaleur d'hydratation	112
3.4.2.1. Micro-calorimétrie isotherme	112
3.4.2.2. Calorimétrie semi-adiabatique	113
3.4.3. Temps de prise Vicat	113
3.4.4. Mesure du retrait au jeune âge	114
3.4.4.1. Retrait chimique	114
3.4.4.2. Retrait endogène	115
3.4.5. Essais mécaniques	115
3.4.5.1. Résistance à la compression	115
3.4.5.2. Résistance à la traction par fendage	116
3.4.6. Caractérisation de la microstructure	116
3.4.6.1. Analyse thermogravimétrique (ATG)	116
3.4.6.2. Diffraction aux rayons X (DRX)	118
3.4.6.3. Observations microscopiques	119
3.4.6.4. Porosité par intrusion de mercure (PIM)	120
3.4.7. Propriétés de durabilité	121
3.4.7.1. Préparation des échantillons	121
3.4.7.2. Porosité accessible à l'eau	121
3.4.7.3. Carbonatation accélérée	122
3.4.7.4. Diffusion des ions chlore	123
3.5. Conclusion	124
Références	125
DEUXÈME PARTIE : PROGRAMME EXPÉRIMENTAL	126
<i>Chapitre 4 : Propriétés au jeune âge des BUHP</i>	129
4.1. Introduction	129
4.2. Réactivité des laitiers	129
4.2.1. Chaleur d'hydratation des pâtes étudiées	130
4.2.2. Retrait chimique des pâtes étudiées	132
4.2.3. Retrait endogène des pâtes étudiées	133
4.2.4. ATG des pâtes étudiées	135
4.2.5. Résistance à la compression des pâtes étudiées	137
4.2.6. Synthèse des résultats sur les pâtes pures	138

4.3.	Propriétés au jeune âge des BUHP	139
4.3.1.	Maniabilité des BUHP.....	139
4.3.2.	Chaleur d'hydratation des BUHP	141
4.3.3.	Temps de prise Vicat des BUHP	145
4.3.4.	Retrait chimique des BUHP	147
4.3.5.	Retrait endogène des BUHP	149
4.3.6.	Analyse croisée.....	152
4.4.	Conclusion.....	155
	Références	157
	DEUXÈME PARTIE : PROGRAMME EXPÉRIMENTAL	160
	<i>Chapitre 5 : Propriétés mécaniques, empreinte carbone et coût des BUHP</i>	<i>162</i>
5.1.	Introduction	162
5.2.	Évolution de la chaleur d'hydratation.....	162
5.3.	Résultats de l'analyse thermogravimétrique (ATG).....	166
5.4.	Propriétés mécaniques des BUHP	170
5.4.1.	Résistance à la compression	170
5.4.2.	Résistance à la traction par fendage	172
5.5.	Empreinte carbone.....	174
5.6.	Analyse des coûts	177
5.7.	Conclusion.....	180
	Références	182
	DEUXÈME PARTIE : PROGRAMME EXPÉRIMENTAL	184
	<i>Chapitre 6 : Microstructure et durabilité des BUHP</i>	<i>186</i>
6.1.	Introduction	186
6.2.	Caractérisation microstructurale des BUHP.....	186
6.2.1.	Analyse thermogravimétrique (ATG)	186
6.2.2.	Analyse par diffraction des rayons X (DRX)	187
6.2.3.	Observations MEB	189
6.2.4.	Observations MET	192
6.2.5.	Porosimétrie par intrusion de mercure (PIM).....	194
6.3.	Propriétés de durabilité des BUHP	198
6.3.1.	Porosité accessible à l'eau (PAE).....	198
6.3.2.	Carbonatation	200
6.3.3.	Diffusion des ions chlore.....	202
6.4.	Conclusion.....	204
	Références	206
	Conclusion générale	209
	Annexes	216

Remerciements

Je souhaite remercier ici tous ceux qui, par leurs aides, leurs encouragements et leurs conseils, ont contribué de loin ou de près à réaliser cette thèse.

Je tiens à remercier le ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique de la Tunisie et l'université de Tunis El Manar de m'avoir donné la possibilité d'entreprendre cette étude doctorale et de m'avoir apporté leur soutien financier. J'adresse aussi mes sincères remerciements à Ecocem Materials pour le co-financement de cette thèse.

Mes vifs remerciements vont, en premier lieu, aux personnes qui m'ont suivi de près durant toute la période de ma thèse. Il faut, tout d'abord, citer mes directeurs de thèse, Monsieur Amor BEN FRAJ, directeur de recherche au Cerema, Prof. Nizar BEL HADJ ALI, professeur à l'université de Gabès, Monsieur Marwen BOUASKER, maître de conférences à l'université d'Orléans, et Madame Naima BELAYACHI, professeur à l'université d'Orléans, qui ont su toujours se rendre disponibles et ont tout mis en œuvre pour que ce travail puisse se réaliser dans les meilleures conditions. Leur soutien assidu et permanent m'a permis de donner le meilleur de moi-même au cours de ces années de thèse. Je tiens à les remercier vivement pour l'intérêt qu'ils ont porté à cette étude et leur disponibilité malgré toutes leurs occupations professionnelles. Leurs conseils avisés et leurs remarques toujours pertinentes m'ont permis d'améliorer ce mémoire. Je voudrais particulièrement marquer ma profonde reconnaissance envers Monsieur Amor BEN FRAJ qui m'a permis d'intégrer son groupe de recherche. Ses commentaires détaillés et constructifs et ses conseils importants ont été un facteur important et indispensable pour l'aboutissement de ce travail expérimental.

Le travail expérimental effectué dans le cadre de cette thèse n'aurait pas vu le jour sans l'ensemble de l'équipe du Cerema, un grand merci pour leur aide et leurs apports. J'exprime mes sincères remerciements tout particulièrement à Monsieur Jérôme CARRIAT, Monsieur Florencio THARLADIERE et Madame Véronique QUEYRAT pour l'aide apportée au laboratoire avec une attitude positive. Ils m'ont fait bénéficier de leurs compétences dans mes études expérimentales. Ce travail n'aurait pas pu être mené à terme sans le soutien et les encouragements de mes collègues du laboratoire et notamment Abderrahim ACHCHOUBI, Hamza BEDDAA, Nacef TAZI, Eva BOULAIRE et Bernus KOUEVIDJIN. J'ai trouvé au Cerema une ambiance chaleureuse et efficace de travail ; je tiens à remercier l'équipe pour cette bonne et agréable ambiance. Merci à Monsieur Romain TRAUCHESSEC de l'université de Lorraine pour sa contribution à la caractérisation de la microstructure. Merci à Madame Baraka MOHAMED de l'université de Gustave Eiffel pour m'avoir aidé à réaliser les essais de porosimétrie au mercure. Merci également à Monsieur Thomas WATTEZ d'Ecocem, pour son aide scientifique et ses commentaires constructifs.

Mes sincères remerciements vont aux membres du jury pour l'honneur qu'ils m'ont fait en participant à ce jury et en acceptant d'évaluer ce travail. Je remercie tout particulièrement le Professeur Farid Benboudjema d'avoir accepté de présider ce jury. Je remercie également la Professeur Stéphanie Bonnet et le Professeur Atef Daoud d'avoir accepté la lourde tâche de rapporter sur cette thèse. Leurs commentaires, critiques et questions me seront, j'en suis sûr, d'une grande utilité dans le futur. Je tiens également à exprimer ma profonde gratitude à Messieurs Thomas Wattez et François Cussigh pour avoir accepté de faire partie de mon jury de thèse.

Je voudrais remercier vivement ma famille, mes chers parents, mes frères et sœurs pour leur grand soutien et leurs vifs et permanents encouragements de tous les jours.

Abréviations et notations

ATG : Analyse thermogravimétrique

BFUP : Béton fibré à ultra hautes performances

BHP : Béton à hautes performances

BO : Béton ordinaire

BPR : Béton de poudres réactives

BUHP : Béton à ultra hautes performances

C₂S : Silicate bicalcique (belite)

C₃A : Aluminate tricalcique (alumine)

C₃S : Silicate tricalcique (alite)

C₄AF : Aluminoferrite tétracalcique (célite)

CaCO₃ : Calcite

CH/Ca(OH)₂ : Portlandite

CPO : Ciment Portland ordinaire

C-S-H : Silicate de calcium hydraté

D_{app} : Coefficient de diffusion apparent

DRX : Diffraction par rayons X

E/C : Rapport eau sur ciment

E/L : Rapport eau sur liant

FRX : Fluorescence par rayons X

FS : Fumée de silice

HR : Humidité relative

ITZ : Interfacial transition zone (zone de transition interfaciale)

LHF : laitier des hauts fourneaux

MEB : Microscope électronique à balayage

MET : Microscope électronique à transmission

PAE : Porosité accessible à l'eau

PIM : Porosimétrie par intrusion de mercure

QC : Quartz concassé

SL1 : laitier classique (ordinaire)

SL2 : laitier superfin

SL3 : laitier ultrafin

SP : Superplastifiant

SQ : Sable de quartz

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Introduction générale

Le Béton à Ultra-Hautes Performances (BUHP) ou, sous une forme plus spécifique, le Béton Fibré à Ultra-Hautes Performances (BFUP) est l'une des techniques les plus avancées et c'est la génération des matériaux à base de ciment aux propriétés rhéologiques, mécaniques et de durabilité les plus exceptionnelles [Ghafari *et al.*, 2015]. Ce composite est marqué par une résistance caractéristique en compression très élevée, supérieure à 130 MPa [NF P18-470, 2016]. En général, les mélanges de BFUP sont conçus pour avoir une résistance à la flexion comprise entre 30 et 60 MPa, une résistance à la traction par fendage de l'ordre de 6 à 8 MPa, et un module d'élasticité dans la plage de 40-70 GPa [Ahmad *et al.*, 2015]. Ces propriétés mécaniques élevées permettent de réduire la quantité de matériau nécessaire et d'optimiser la conception structurelle. Les premières recherches en laboratoire sur ce type de béton sont françaises et canadiennes et datent des années 1990. Ces avancées ont connu leurs premières applications industrielles en France en 1998 lors du remplacement des poutrelles en acier par des BFUP dans les tours de refroidissement de la centrale nucléaire de Cattenom. Au Canada, la première application était la passerelle piétonne de Sherbrooke construite en 1997.

Le BFUP est un matériau très compact et dense, il résulte d'une réduction ou d'une élimination successive des inconvénients du béton ordinaire (BO) [Zdeb, 2013]. Il est important de signaler que ce n'est pas la résistance élevée du BFUP qui fût décisive dans ce cas, mais plutôt sa durabilité élevée qui permettra d'augmenter la durée de vie et de réduire les coûts d'entretien et de réparation. Le BFUP est doté d'une durabilité exceptionnelle, car sa matrice est pratiquement imperméable au dioxyde de carbone, aux ions chlore et aux sulfates, etc. [Li *et al.*, 2021 ; Du *et al.*, 2021]. Ce matériau à matrice cimentaire est plus performant que le BO et le béton à hautes performances (BHP) en raison de l'utilisation d'un faible rapport eau/liant (E/L) d'environ 0,2 (c'est-à-dire une porosité à l'eau à 90 jours extrêmement faible $< 9\%$ [NF P18-470, 2016]) et d'une grande quantité de particules fines. Il s'agit d'un candidat potentiel pour les structures en béton exposées à des environnements agressifs, voire très agressifs. Il est évident que : (1) le BFUP a une très faible perméabilité apparente aux gaz à 90 jours, qui est inférieure à $9 \times 10^{-19} \text{ m}^2$ [NF P18-470, 2016] ; (2) la carbonatation se produit rarement sur le BFUP, que ce soit dans le cadre d'une cure standard ou d'un traitement thermique, après 1 à 3 ans d'exposition. (3) La corrosion des armatures en acier et la réaction alcali-silice ne sont pas des problèmes pour les BFUP, quel que soit le régime de cure, en raison de leur faible perméabilité [Li *et al.*, 2020]. (4) Selon la norme NF P18-470 [NF P18-470, 2016], le coefficient de diffusion des ions chlorure est inférieur à $0,5 \times 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$ à 90 jours d'hydratation. Comme mentionné précédemment, la teneur en eau des BFUP est inférieure à celle nécessaire à l'hydratation complète du ciment. Ces bétons contiennent ainsi une réserve de ciment anhydre qui leur confère un potentiel d'autocicatrisation en cas de fissuration. L'eau pénétrant éventuellement par les fissures permettra la formation d'hydrates au sein des microfissures en réagissant avec les particules de clinker résiduel. Ce phénomène constitue un atout particulièrement intéressant en termes de durabilité et de protection des fibres.

À ce jour, un nombre croissant d'études a été mené sur la sélection judicieuse des matières premières, l'utilisation de technologies communes et leurs effets sur les propriétés au jeune âge, les caractéristiques microstructurales, les propriétés mécaniques et la durabilité des BFUP afin de faciliter leur développement et leurs applications [Reda *et al.*, 1999 ; Yunsheng *et al.*, 2008]. Par conséquent, divers produits de BFUP ont vu le jour. La tendance à utiliser des matières premières localement disponibles et des régimes de cure courants a commencé à prendre de l'ampleur, dans le but de réduire les coûts de fabrication. Richard et Cheyrezy [Richard et Cheyrezy, 1995] ont introduit la formulation de base. Ils ont utilisé des composants à haute finesse et réactivité pour produire un béton de poudres réactives (BPR). Le BFUP a été développé comme un mélange ultra-dense d'eau, de ciment Portland (CP), de

fumée de silice (FS), de sable de quartz fin (SQ), de quartz concassé (QC), de superplastifiant (SP) et de fibres. Grâce à l'utilisation de fortes doses d'adjuvants chimiques, le BFUP présente une fluidité attrayante avec un rapport eau/liant extrêmement faible [Zhang et Kong, 2015 ; Du *et al.*, 2021]. Sa capacité autoplaçante à l'état frais offre une excellente qualité de mise en œuvre particulièrement adaptée à la préfabrication. Contrairement au BO, le BFUP contient des fibres métalliques ou synthétiques (≥ 2 %, en volume), qui renforcent la matrice en empêchant la propagation des fissures et en améliorant la résistance à la traction du matériau. Ce composant clé des BFUP confère au matériau sa ductilité [Yu *et al.*, 2018]. Le BFUP a une grande capacité de déformation avant rupture, ce qui le rend très résistant aux charges cycliques et aux chocs. Ses ultra-hautes performances lui permettent d'absorber des contraintes élevées sans se rompre brusquement, améliorant ainsi la sécurité et la durabilité des structures. Cette technologie de béton présente des comportements d'écrouissage après fissuration [Graybeal, 2008 ; Meng et Khayat, 2017]. L'incorporation de fibres dans les BUHP est à l'origine du terme BFUP, qui couvre aujourd'hui une large gamme de matériaux pour des applications structurelles et/ou décoratives. Certains font l'objet de brevets ou de marques déposées : DUCTAL®, BSI®, CERACEM®, BCV®, etc.

Les propriétés uniques du BFUP ont suscité un intérêt croissant pour l'utilisation de ce matériau dans les applications d'infrastructure [Wang *et al.*, 2015]. En raison de ses propriétés mécaniques supérieures et de sa durabilité exceptionnelle, le BFUP a été utilisé dans divers types de projets nécessitant une résistance structurelle élevée, tels que les ponts et les passerelles, les façades et les éléments architecturaux, les ouvrages d'art (tunnels, viaducs et barrages), la rénovation et le renforcement des structures, les éléments de préfabrication, etc. Cette génération de matériaux à matrice cimentaire offre des possibilités de conception structurelle innovantes et contribue à la réalisation des formes complexes, des textures variées et des finitions esthétiques, tout en garantissant les performances structurelles. De plus, la très haute résistance des BFUP permet de réduire le volume du matériau et donc le poids de la structure. Les structures en BFUP nécessitent moins de matériaux que le béton ordinaire, sous la même charge [Yu *et al.*, 2015]. Cette réduction de poids présente l'avantage de produire des structures plus fines et plus élancées, d'augmenter l'espace utile dans les immeubles de grande hauteur et de réduire les coûts globaux. Son excellente durabilité permet de prolonger la durée de vie de la structure au-delà de 100 ans, avec des exigences de maintenance minimales et des coûts de cycle de vie peu élevés [Shi *et al.*, 2019].

En raison des performances exceptionnelles, de l'utilisation réduite des matériaux et des faibles besoins d'entretien des BFUP, les applications à grande échelle de cette technologie pourraient participer à la réduction des émissions CO₂ dans le secteur de la construction [Yu *et al.*, 2015]. Cependant, certains chercheurs considèrent que l'utilisation d'une teneur élevée en ciment (800-1200 kg/m³) pour la production de BFUP augmente considérablement le coût de fabrication (financier et environnemental) et libère davantage de chaleur d'hydratation [Gupta, 2016 ; Du *et al.*, 2021]. En effet, le BFUP incorpore trois fois plus de ciment par m³ que le BO, consommant ainsi trois fois plus d'énergie et émettant trois fois plus de CO₂. Un point important à noter ici est que le secteur des matériaux de construction est le troisième secteur industriel le plus émissif de CO₂ dans le monde, ainsi que dans l'Union européenne. La production de ciment est responsable d'environ 7 % des émissions globales de CO₂ [UNSTATS, 2010 ; Yu *et al.*, 2014]. Dans un monde qui s'oriente vers une construction plus écologique, l'un des principaux défis en termes de soutenabilité écologique pour les prochaines décennies est de concevoir et de produire des bétons avec moins de clinker et induisant moins d'émissions de CO₂, tout en offrant une meilleure durabilité [Denarié et Brühwiler, 2011 ; Habert *et al.*, 2013]. Dans ce contexte, la stratégie nationale bas-carbone (SNBC) propose des orientations pour mettre en œuvre la transition vers une économie verte dans tous les secteurs d'activité, y compris l'industrie du ciment.

Une première feuille de route a été élaborée par France Ciment (anciennement Syndicat Français de l'Industrie Cimentière) en 2021 pour la décarbonation de l'industrie cimentière. Elle définit des objectifs de réduction des émissions de carbone à différentes échéances. La trajectoire de la profession cimentière pour 2030 prévoit ainsi une diminution de 24 % des émissions par rapport à 2015 ; soit une réduction de 2,5 millions de tonnes d'équivalent CO₂. Pour 2050, une réduction d'environ 80 % par rapport à 2015 est visée (soit une diminution de 8.3 Mt CO_{2eq}). Ces objectifs sont illustrés sur la **Figure 1**, où les émissions de CO₂ sont exprimées par tonne de ciment produite [*Feuille de route de la filière ciment, 2021*]. En 2023, France Ciment a actualisé cette feuille avec un scénario plus ambitieux, visant à atteindre -50% d'émissions en 2030, en activant des leviers traditionnels (-27 %, recours aux combustibles alternatifs, réduction du taux de clinker, etc.) et en déployant le captage du carbone (-23 %). L'objectif de la quasi-neutralité carbone à l'horizon 2050 serait ainsi atteignable.

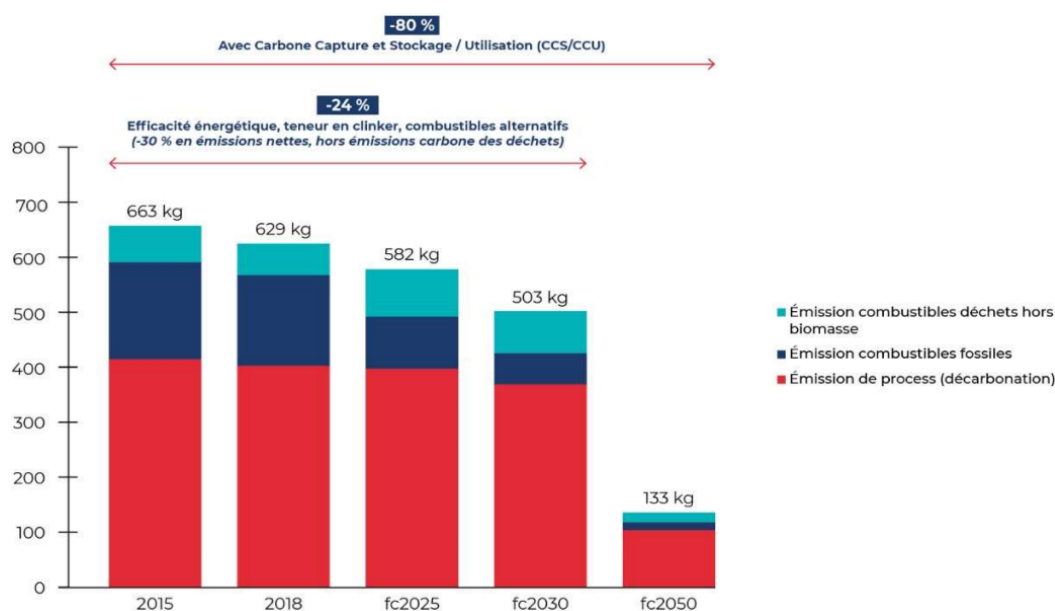


Figure 1 : Évolution des émissions CO₂ du secteur cimentier (en kgCO₂/T. de ciment) [*Feuille de route de la filière ciment, 2021*].

Dans ce contexte, un nombre croissant de projets de recherche est actuellement mené afin de mettre au point des liants hydrauliques multi composants ayant un impact environnemental réduit. Plusieurs études montrent que le remplacement du ciment par des coproduits est l'approche la plus pratique pour réduire l'empreinte carbone des matériaux cimentaires [*Abdulkareem et al., 2018 (a) ; Ahmed et al., 2021*]. Il a été démontré que des quantités considérables de ciment peuvent être remplacées dans le BFUP sans altérer de manière significative la résistance à la compression [*Habert et al., 2013*]. Les additions minérales, telles que la fumée de silice (FS), les cendres volantes (CV) [*Yu et al., 2015*], le métakaolin (MK) [*Tafraoui et al., 2016*] et le laitier de haut fourneau (LHF), sont utilisées afin de répondre à de nombreuses exigences de performance technique, en plus des critères de durabilité pour le développement du béton à faibles empreinte carbone. Contrairement à la plupart des ajouts, le LHF possède à la fois des propriétés hydrauliques et pouzzolaniques. Ces propriétés permettent au béton de garder une résistance et une durabilité adéquates même après le remplacement d'un volume important de ciment par du laitier [*Ahmed et al., 2021*]. En 2021, la production de laitier de haut-fourneau en France était de 2,9 millions de tonnes. Environ 2,4 millions de tonnes de laitiers sous forme vitrifiée ont été produites et utilisées pour la production de ciment et de béton [*CERIB, 2022*]. Cette addition minérale est utilisée dans notre étude pour réduire la teneur en ciment dans les BUHP.

Le LHF est utilisé depuis de nombreuses années comme matériau de substitution dans la technologie du béton. L'intérêt pour ce type des liants alternatifs pour le ciment Portland ordinaire (CPO) est généralement motivé par trois raisons principales :

- Une réduction des impacts environnementaux : il est économiquement et techniquement intéressant de remplacer une partie du clinker par un certain matériau à activité hydraulique. La présence de LHF rend le composite respectueux de l'environnement en réduisant la consommation de ciment, qui à son tour réduit les émissions de CO₂. Ce coproduit de l'industrie de la fonte est plus économique, du fait que sa production nécessite moins d'énergie que celle du CPO.
- Une amélioration des performances à long terme : grâce à son effet physique (surface spécifique élevée), le LHF affine la porosité, ce qui entraîne la formation d'une microstructure compacte et dense et une meilleure résistance à la compression à long terme. Les matrices cimentaires à base de LHF peuvent montrer des performances supérieures à celles fabriquées avec du CPO, en termes de propriétés mécaniques et de durabilité [Abdulkareem *et al.*, 2021].
- Un rapport coût/performance optimal : le coût du LHF à une finesse ordinaire est nettement inférieur à celui du CPO. Il est considéré comme un matériau bon marché.

Le LHF peut être utilisé pour produire des BFUP destinés aux grands marchés du génie civil. Ces produits peuvent, lorsqu'ils sont destinés à rester exposés, montrer des finitions architecturales particulièrement esthétiques. L'incorporation des LHF est l'une des voies les plus prometteuses pour l'industrie du ciment et du béton. Un point important à signaler ici est que le taux d'hydratation du LHF est faible [Kim *et al.*, 2016]. Cela conduit à un développement plus lent de la résistance des BFUP [Pyo *et al.*, 2017]. Certaines stratégies ont été adoptées pour remédier à la faible réactivité des LHF, comme l'activation chimique par des alcalins et l'activation thermique à température élevée et pendant une durée spécifique [Abdulkareem *et al.*, 2021]. Il convient de noter que le recours à ces méthodes est problématique pour les constructions coulées sur place. La faible réactivité du laitier au jeune âge peut également être atténuée par l'incorporation d'un dosage modéré de FS. L'ajout de FS, une addition minérale coûteuse, en grande quantité pour améliorer les propriétés mécaniques au jeune âge peut rapidement inverser le rapport positif coût/bénéfice (pour le laitier).

En raison de la présence d'une fraction élevée de particules super fines, d'un faible rapport eau/liant (E/L, 0,15-0,25) et l'absence de granulats grossiers dans le BUHP, le risque d'un retrait prononcé ne peut être exclu [Shen *et al.*, 2018]. En général, un retrait aussi important entraîne une tension résiduelle qui peut induire la formation de fissures et compromettre davantage la durabilité du BUHP. Ceci réduit la durée de vie des ouvrages car la fissuration au jeune âge facilite le transport d'agents agressifs qui, par diffusion, pénètrent plus profondément dans la structure et déclenchent la corrosion des armatures [Lura *et al.*, 2009]. Au jeune âge, le mélange frais de BUHP présente un risque potentiel de fissuration juste après sa mise en place, résultant du retrait prononcé, y compris le retrait chimique et le retrait endogène, qui sont le résultat de la contraction chimique du volume pendant le processus d'hydratation et de l'auto-dessiccation dans le matériau à base de ciment [Yoo *et al.*, 2013]. Le retrait endogène est une conséquence directe de l'évolution physico-chimique de la matrice cimentaire. Les matériaux cimentaires à faible rapport E/C sont plus sensibles à la déformation endogène au très jeune âge. La fissuration précoce du béton est un problème majeur qui nécessite une attention particulière dans la plupart des projets à grande échelle impliquant l'utilisation du béton, en particulier à faible rapport eau-ciment et à très forte teneur en ciment. Ainsi, les propriétés fondamentales du BUHP au jeune âge doivent être quantifiées avec précision afin de contrôler les fissures de retrait prématurées dans les structures. La bonne estimation de la durabilité des ouvrages en BUHP est principalement basée sur la maîtrise des propriétés des matériaux utilisés pour leur conception. Des effets différents des différents

types de laitier sur le retrait du BUHP ont été observés dans certaines études de la littérature. Il est donc important de se focaliser sur les tout premiers jours, voire les premières heures, de l'hydratation afin de mieux comprendre le comportement au jeune âge des BUHP à base de laitier. La compréhension des phénomènes qui se développent au cours de l'évolution de l'hydratation du matériau, à savoir le développement de la microstructure et des propriétés physico-chimiques, est la clé de la bonne appréciation des performances des matériaux à base de LHF.

Objectifs de la thèse

L'objectif principal de cette thèse est de développer des BUHP à faible empreinte carbone avec une teneur élevée en LHF (jusqu'à 50 %), en substitution partielle du ciment, et une faible teneur en FS, sans introduire de traitement (chimique ou thermique). Dans ce travail, un laitier de haute finesse est utilisé pour accélérer l'hydratation et le développement de la résistance des BUHP incorporant du laitier. Ce travail de thèse traite également de la possibilité de fabriquer un BUHP à base de laitier superfin en substitution complète de la FS. Afin d'étudier l'influence de la teneur et de la finesse du laitier sur le comportement à court et long termes des BUHP, une campagne expérimentale complète est réalisée sur huit mélanges de BUHP préparés avec le même rapport E/L de 0,16 et différents dosages de ciment, de laitier et de superplastifiant.

Structure du manuscrit

Outre l'**introduction générale**, qui présente le contexte, les objectifs et la structure de la thèse, cette étude s'organise en deux grandes Parties :

PREMIÈRE PARTIE : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre 1 : Composition et propriétés des BUHP

Ce chapitre est consacré à la synthèse bibliographique, en vue de donner un aperçu général sur les BUHP, les principes de formulation, les constituants et les propriétés constructives des BUHP.

Chapitre 2 : Déformations endogènes des BUHP

Le deuxième chapitre fait également partie de la revue de la littérature. Dans ce chapitre, le processus d'hydratation et l'évolution de la microstructure des BUHP sont rappelés. Afin de mieux appréhender le comportement physico-chimique des BUHP au jeune âge, une synthèse des travaux effectués sur les déformations endogènes est présentée. Une attention particulière est portée à l'effet de LHF sur l'évolution de l'hydratation, de la microstructure et du retrait des matrices cimentaires en conditions endogènes.

DEUXIÈME PARTIE : PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

Le premier chapitre de cette partie (Chapitre 3) détaille les matériaux et les méthodes d'essais utilisés. Les résultats et les interprétations sont ensuite présentés dans les chapitres suivants (Chapitres 4, 5 et 6). Je tiens à souligner que ces trois derniers chapitres sont structurés en articles.

Chapitre 3 : Matériaux et procédures expérimentales

Avant de décrire les méthodes d'essais, ce chapitre passe en revue les caractéristiques (physiques, chimiques et minéralogiques) des matériaux utilisés tout au long de l'étude expérimentale. Ce chapitre présente également les mélanges formulés et les techniques de conservation.

Motivé par la rareté des recherches antérieures menées sur le comportement hydraulique latent du laitier, une étude de quatre pâtes à base de laitiers ($E/L = 0,4$) est également présentée. En plus du laitier ordinaire et du laitier superfin, un laitier ultrafin est exploré.

Chapitre 4 : Propriétés au jeune âge des BUHP

Les résultats et les discussions de l'étude de l'effet de la finesse et la teneur en laitier sur les propriétés au jeune âge des BUHP sont présentés dans ce chapitre.

Les résultats de l'étude expérimentale menée sur les pâtes de laitier sont également présentés dans la première partie du chapitre.

Chapitre 5 : Propriétés mécaniques, empreinte carbone et coût des BUHP

Ce chapitre traite de l'effet de la finesse et la teneur en laitier sur les propriétés mécaniques (résistance à la compression et résistance à la traction par fendage) des BUHP. En parallèle, les résultats des essais d'analyse thermogravimétrique (ATG) et de suivi d'hydratation (Langavant) sont analysés. Une évaluation des émissions de CO_2 associées à chaque formulation est réalisée. Une analyse des coûts est également présentée.

Chapitre 6 : Microstructure et durabilité des BUHP

Ce chapitre est consacré à l'étude de la microstructure (DRX, MEB, MET et distribution de la taille des pores) et des propriétés de durabilité (porosité à l'eau, diffusion des ions chlore et carbonatation) des BUHP.

Enfin, la **conclusion générale** est une synthèse des résultats obtenus dans les chapitres précédents et des pistes pour des recherches futures sont proposées pour une meilleure compréhension du comportement des BUHP à base de laitiers.

Références

- [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)] O.M. Abdulkareem, A.B. Fraj, M. Bouasker, A. Khelidj, Mixture design and early age investigations of more sustainable UHPC, *Constr. Build. Mater.* 163 (2018) 235–246.
- [Abdulkareem *et al.*, 2021] O.M. Abdulkareem, A.B. Fraj, M. Bouasker, L. Khouchaf, A. Khelidj, Microstructural investigation of slag-blended UHPC: The effects of slag content and chemical/thermal activation, *Constr. Build. Mater.* 292 (2021) 123455.
- [Ahmad *et al.*, 2015] S. Ahmad, A. Zubair, M. Maslehuddin, Effect of key mixture parameters on flow and mechanical properties of reactive powder concrete, *Constr. Build. Mater.* 99 (2015) 73–81.
- [Ahmed *et al.*, 2021] T. Ahmed, M. Elchalakani, A. Karrech, M.S. Mohamed Ali, L. Guo, Development of ECO-UHPC with very-low-C3A cement and ground granulated blast-furnace slag, *Constr. Build. Mater.* 284 (2021) 122787.
- [CERIB, 2022] CERIB, Ressources minérales pour les liants des bétons décarbonés : disponibilité, perspectives d'évolution et innovations, 2022.
- [Denarié et Brühwiler, 2011] E. Denarié, E. Brühwiler, Strain Hardening Ultra-high Performance Fibre Reinforced Concrete: Deformability versus Strength Optimization, *Int. J. Restauration Build. Monuments* 17 (6) (2011) 397–410 (Aedificatio).
- [Du *et al.*, 2021] J. Du, W. Meng, K. H. Khayat, Y. Bao, P. Guo, Z. Lyu, A. Abu-obeidah, H. Nassif, H. Wang, New development of ultra-high-performance concrete (UHPC), *Composites Part B* 224 (2021) 109220.
- [Feuille de route de la filière ciment, 2021] Décarbonation de l'industrie - Feuille de route de la filière ciment, mai 2021.
- [Ghafari *et al.*, 2015] E. Ghafari, M. Arezoumandi, H. Costa, E. Júlio, Influence of nano-silica addition in the durability of UHPC, *Constr. Build. Mater.* 94 (2015) 181–188.
- [Graybeal, 2008] B.A. Graybeal, Flexural behavior of an ultrahigh-performance concrete I-girder, *J Bridge Eng* 13(6) (2008) 602–10.
- [Gupta, 2016] S. Gupta, Effect of content and fineness of slag as high volume cement replacement on strength and durability of ultra-high performance mortar, *J. Build. Mater. Struct.* 3 (2016) 43–54.
- [Habert *et al.*, 2013] G. Habert, E. Denarié, A. Šajna, P. Rossi, Lowering the global warming impact of bridge rehabilitations by using Ultra High Performance Fibre Reinforced Concretes, *Cem. Concr. Comput.* 38 (2013) 1–11.
- [Kim *et al.*, 2016] H. Kim, T. Koh, S. Pyo, Enhancing flowability and sustainability of ultra high performance concrete incorporating high replacement levels of industrial slags, *Constr. Build. Mater.* 123 (2016) 153–160.
- [Li *et al.*, 2020] J. Li, Z. Wu, C. Shi, Q. Yuan, Z. Zhang, Durability of ultra-high performance concrete – A review, *Constr. Build. Mater.* 255 (2020) 119296.
- [Li *et al.*, 2021] Y. Li, T. Mi, W. Liu, Z. Dong, B. Dong, L. Tang, F. Xing, Chemical and mineralogical characteristics of carbonated and uncarbonated cement pastes subjected to high temperatures, *Compos B Eng.* 216 (2021) 108861.
- [Lura *et al.*, 2009] P. Lura, O.M. Jensen, J. Weiss, Cracking in cement paste induced by autogenous shrinkage, *Mater. Struct.* 42 (8) (2009) 1089–1099.
- [Meng et Khayat, 2017] W. Meng, K.H. Khayat, Improving flexural performance of ultra-high-performance concrete by rheology control of suspending mortar, *Compos B Eng* 117 (2017) 26–34.
- [NF P18-470, 2016] NF P18-470 : Bétons-Bétons fibrés à Ultra Hautes Performances-Spécification, performance, production et conformité. Afnor, 99 pages, 2016.
- [Pyo et Kim, 2017] S. Pyo, H.-K. Kim, Fresh and hardened properties of ultra-high performance concrete incorporating coal bottom ash and slag powder, *Constr. Build. Mater.* 131 (2017) 459–466.
- [Reda *et al.*, 1999] M.M. Reda, N.G. Shrive, J.E. Gillott, Microstructural investigation of innovative UHPC, *Cem. Concr. Res.* 29 (3) (1999) 323–329.
- [Richard et Cheyrezy, 1995] P. Richard, M. Cheyrezy, Composition of reactive powder concretes, *Cem. Concr. Res.* 25 (7) (1995) 1501–1511.
- [Shen *et al.*, 2018] P. Shen, L. Lu, Y. He, M. Rao, Z. Fu, F. Wang, S. Hu, Experimental investigation on the autogenous shrinkage of steam cured ultra-high performance concrete, *Constr. Build. Mater.* 162 (2018) 512–522.
- [Taфраoui *et al.*, 2016] A. Taфраoui, G. Escadeillas, T. Vidal, Durability of the ultra-high performances concrete containing metakaolin, *Constr. Build. Mater.* 112 (2016) 980–987.
- [UNSTATS, 2010] UNSTATS, Greenhouse gas emissions by sector (absolute values), United Nation Statistical Division, Springer, 2010.
- [Wang *et al.*, 2015] D. Wang, C. Shi, Z. Wu, J. Xiao, Z. Huang, Z. Fang, A review on ultra high performance concrete: Part II. Hydration, microstructure and properties, *Constr. Build. Mater.* 96 (2015) 368–377.
- [Yoo *et al.*, 2013] D.-Y. Yoo, J.-J. Park, S.-W. Kim, Y.-S. Yoon, Early age setting, shrinkage and tensile characteristics of ultra high performance fiber reinforced concrete, *Constr. Build. Mater.* 41 (2013) 427–438.
- [Yu *et al.*, 2014] R. Yu, P. Spiesz, H.J.H. Brouwers, Mix design and properties assessment of Ultra-High Performance Fibre Reinforced Concrete (UHPFRC), *Cem. Concr. Res.* 56 (2014) 29–39.

- [Yu *et al.*, 2015] R. Yu, P. Spiesz, H.J.H. Brouwers, Development of an eco-friendly Ultra-High Performance Concrete (UHPC) with efficient cement and mineral admixtures uses, *Cem. Concr. Compos.* 55 (2015) 383–394.
- [Yu *et al.*, 2018] K.-Q. Yu, J.-T. Yu, J.-G. Dai, Z.-D. Lu, S.P. Shah, Development of ultra-high performance engineered cementitious composites using polyethylene (PE) fibers, *Constr. Build. Mater.* 158 (2018) 217–227.
- [Yunsheng *et al.*, 2008] Z. Yunsheng, S. Wei, L. Sifeng, et al., Preparation of C200 green reactive powder concrete and its static–dynamic behaviors, *Cem. Concr. Compos.* 30 (9) (2008) 831–838.
- [Zdeb, 2013] T. Zdeb, Ultra-high-performance concrete – properties and technology. *Bulletin of the Polish Academy of Sciences: Technical Sciences* 61, 183–193, 2013.
- [Zhang et Kong, 2015] Y. Zhang, X. Kong, Correlations of the dispersing capability of NSF and PCE types of superplasticizer and their impacts on cement hydration with the adsorption in fresh cement pastes, *Cem. Concr. Res.* 69 (2015) 1–9.

PREMIÈRE PARTIE : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Cette première partie est consacrée à la présentation de l'état de l'art sur l'étendue des connaissances actuelles à propos de la nouvelle technologie prometteuse ; le béton à ultra-hautes performances (BUHP). Dans le premier chapitre, nous présentons des notions générales sur le BUHP, les principes généraux de formulation, les constituants et les principales propriétés de ce modèle relativement nouveau. Le deuxième chapitre traite, en premier lieu, du processus d'hydratation, en détaillant les différentes caractéristiques des réactions d'hydratation ainsi que leurs produits et en décrivant par la suite l'évolution de la microstructure du BUHP. Une attention particulière a été portée sur le processus d'hydratation des laitiers dans le but d'identifier et de comprendre les différents mécanismes physico-chimiques des matrices cimentaires dans lesquelles ils ont été introduits. En deuxième lieu, nous avons mis l'accent sur l'évolution des déformations endogènes, les différents facteurs influençant ces déformations en insistant sur le comportement au jeune âge des BUHP à base de laitiers de hauts fourneaux.

SOMMAIRE

Chapitre 1 : Composition et propriétés des BUHP

Chapitre 2 : Déformations endogènes des BUHP

PREMIÈRE PARTIE : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre 1 :

COMPOSITION ET PROPRIÉTÉS DES BUHP

Table des matières

PREMIÈRE PARTIE : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE	22
<i>Chapitre 1 : Composition et propriétés des BUHP</i>	25
1.1. Introduction	25
1.2. Généralités sur les BUHP	25
1.3. Principes généraux de formulation des BUHP	28
1.3.1. Amélioration de l'homogénéité	28
1.3.2. Amélioration de la compacité	28
1.3.3. Amélioration de la microstructure	29
1.3.4. Amélioration de la ductilité	30
1.4. Constituants du mélange BUHP	31
1.4.1. Le ciment	31
1.4.2. Le sable	31
1.4.3. Les additions	32
1.4.3.1. La fumée de silice (FS)	32
1.4.3.2. Le laitier de haut fourneau (LHF)	34
1.4.3.3. Le quartz concassé (QC)	37
1.4.4. L'eau (E) et le superplastifiant (SP)	38
1.4.5. Les fibres	39
1.5. Propriétés constructives des BUHP	39
1.5.1. Propriétés rhéologiques	39
1.5.2. Propriétés mécaniques	42
1.5.3. Propriétés de durabilité	46
1.5.3.1. La porosité	46
1.5.3.2. La carbonatation	49
1.5.3.3. Diffusion des ions chlore	51
1.6. Conclusion	53
Références	54

Liste des figures

Figure 1.1 : La passerelle piétonne de Sakata-Mirai	26
Figure 1.2 : Toiture de la gare de péage du viaduc de Millau	27
Figure 1.3 : Musée MUCEM à Marseille	27
Figure 1.4 : Empilement granulaire (a) en 2D et (b) en 3D [Taberlet, 2005]	29
Figure 1.5 : Mode d'élaboration des différents types de laitiers	35
Figure 1.6 : Etats successifs du malaxage [Cherkaoui, 2010]	40
Figure 1.7 : (a) Malaxeur à cuve tournante Croker RP100XD, et (b) Essai d'étalement réalisé sur du BUHP frais, ne montrant aucune ségrégation [Arora et al., 2019]	41
Figure 1.8 : Résistance à la compression des BUHP vs. % de LHF [Ahmed et al., 2021]	44
Figure 1.9 : Résistance à la flexion à 28 jours des BUHP vs. % de LHF [Ahmed et al., 2021]	44
Figure 1.10 : Résistance à la traction par fendage à 28 jours des BUHP vs. % de LHF [Ahmed et al., 2021]	44
Figure 1.11 : Modules élastiques à 28 jours des BUHP vs. % de LHF [Ahmed et al., 2021]	45
Figure 1.12 : Résistance à la compression de BUHP : (a) sans fibres, (b) avec fibres [Yalçinkaya et Çopuroğlu, 2021]	46
Figure 1.13 : Résistance à la flexion de BUHP : (a) sans fibres, (b) avec fibres [Yalçinkaya et Çopuroğlu, 2021]	46

Figure 1.14 : Comparaison des porosités à l'eau entre le béton ordinaire (OC), le béton à hautes performances (HPC) et le béton à ultra-hautes performances (UHPC & ERPC) [Mounanga et al., 2012].	47
Figure 1.15 : Distribution poreuse des mélanges BUHP à 3 jours (à gauche) et à 90 jours (à droite) [Abdulkareem et al., 2021].	48
Figure 1.16 : Porosité mesurée pour des mélanges de BUHP incorporant différentes longueurs et dosages de fibres [Abbas et al., 2015].	49
Figure 1.17 : Profondeur de carbonatation en fonction de la teneur en laitier [Lee et Lee, 2020].	50
Figure 1.18 : Illustration des résistances à la carbonatation des échantillons [Ahmed et al., 2021].	51
Figure 1.19 : Comparaison des coefficients de diffusion entre le béton ordinaire (OC), le béton à hautes performances (HPC) et le béton à ultra-hautes performances (UHPC & ERPC) [Mounanga et al., 2012].	52

Liste des tableaux

Tableau 1.1 : Exemple de composition chimique de LHF [Ahmed et al., 2021].	36
Tableau 1.2 : Propriétés mécaniques à 28 jours de BUHP, en comparaison avec un BO et un BHP.	43
Tableau 1.3 : Résistances moyennes à 28 jours en fonction du taux de LHF et la cure utilisée.	43
Tableau 1.4 : Porosité totale des échantillons de BUHP [Abdulkareem et al., 2021].	48
Tableau 1.5 : Profondeurs de carbonatation pour des BUHP non activés après 6 mois et 1 an d'exposition [Abdulkareem, 2017].	51
Tableau 1.6 : Coefficient de diffusion des ions chlorure du BUHP.	52
Tableau 1.7 : Résultats de l'essai de diffusion effectué sur des BUHP à base de laitier.	53

Chapitre 1 : Composition et propriétés des BUHP

Ce chapitre présente des généralités sur les bétons à ultra-hautes performances. L'objectif de ce premier chapitre de la synthèse bibliographique est de donner un aperçu général sur les BUHP, les principes de formulation, les constituants et les propriétés constructives de cette nouvelle technologie.

1.1. Introduction

Le BUHP est un composite à matrice cimentaire dont les propriétés mécaniques et la durabilité sont meilleures que celles du béton ordinaire (BO) [Richard et Cheyrezy, 1995]. Cette famille de matériaux à base de ciment a été développée dans les années 1990 en laboratoire. Le recours aux BUHP vise avant tout l'amélioration des propriétés mécaniques en vue de confectionner un béton présentant une résistance caractéristique à la compression généralement supérieure à 130 MPa. La résistance en traction de ce matériau est systématiquement supérieure à 6 MPa [NF P18-470, 2016]. Le terme haute performance désigne à la fois une excellente résistance et une durabilité exceptionnelle sous l'influence de facteurs environnementaux. Le BUHP présente une porosité quasi nulle, ce qui lui confère une résistance élevée à la pénétration de substances agressives et corrosives dans sa matrice durcie [Li et al., 2020 (a)]. La production de ce composite innovant est basée sur l'amélioration des micros et macros propriétés des ingrédients du mélange pour assurer une meilleure homogénéité mécanique, compacité maximale et une haute densité de remplissage des particules [Abbas et al., 2015]. Outre les performances mécaniques et les propriétés de durabilité, les BUHP se distinguent par leur capacité autoplaçante à l'état frais, offrant une excellente qualité de mise en œuvre. Cette bonne rhéologie est obtenue grâce à l'utilisation adéquate des adjuvants ayant la capacité de réduire le rapport Eau/Liant ($E/L < 0.25$) et pouvant participer à l'accélération du durcissement [Du et al., 2021]. Ces propriétés uniques permettent de concevoir des structures plus fines et plus élancées, dotées d'intéressantes qualités esthétiques, tout en réduisant considérablement le volume du matériau.

La nouvelle technologie des BUHP utilise une teneur importante en ciment et en ultrafines pour bien atteindre les performances souhaitées. C'est un matériau en béton pouvant être renforcé par des fibres (BFUP) pour améliorer la ductilité. Un point important à noter est que le dosage élevé en liant, en fibres et en adjuvant augmente énormément le coût de production. Néanmoins, grâce à la réduction des dimensions et du poids des éléments en BUHP, ce surcoût peut être compensé. La durabilité accrue augmente la durée de vie des ouvrages [Andrade et Torres, 2013], et par conséquent les frais de maintenance peuvent être fortement atténués.

Dans les sections suivantes, nous donnerons un aperçu général du BUHP en mettant l'accent sur ses propriétés constructives ainsi que sur l'effet de l'ajout de laitier sur ces propriétés.

1.2. Généralités sur les BUHP

Le BUHP est un nouveau micro béton, dans lesquels les agrégats grossiers sont remplacés par un sable très fin ($< 600 \mu\text{m}$) pour réduire extrêmement la porosité. Les BUHP désignent actuellement la gamme des matériaux à matrice cimentaire aux propriétés mécaniques et de durabilité les plus exceptionnelles. La production de ce matériau a été rendue possible grâce aux progrès de la technologie des liants minéraux, à la disponibilité accrue des superplastifiants très efficaces et à la large reconnaissance de l'influence des additifs minéraux sur la microstructure et les propriétés générales des matrices cimentaires. Les origines de ce produit prometteur remontent à la France lorsque les idées de Bache ont été reprises en 1994 par l'entrepreneur français Bouygues (Richard et Cheyrezy) et se sont développées davantage. Les premières recherches ont été menées par la Direction Scientifique de la Société

Bouygues qui a conçu un Béton de Poudres Réactives (BPR) [Richard et Cheyrezy, 1995]. Ils se sont inspirés des études sur l'optimisation granulaire des compositions de béton de De Larrard et ont été motivés par le nucléaire : réduction des performances des corps d'échange des aéroréfrigérants de la centrale nucléaire de Cattenom et confinement des déchets radioactifs. Grâce à l'évolution rapide des superplastifiants au cours des dernières années, le BPR offre une maniabilité supérieure avec un rapport (E/L) très faible. Cette famille est considérée comme la principale innovation dans le développement des BFUP [Richard et Cheyrezy, 1995]. Le secteur béton est confronté aujourd'hui à une infinie variété de formulations et de performances. La première application mondiale en BFUP (Ductal) était la passerelle piétonne de Sherbrooke réalisée en 1997. En France, la première application industrielle (en Ceracem et en Ductal) fut la réalisation des poutrelles de renforcement de la tour de refroidissement de la centrale électrique de Cattenom en 1998.

Les réalisations exemplaires en BFUP ont pris un véritable essor depuis les années 2000 dans le domaine du génie civil et du bâtiment, qu'il s'agisse d'ouvrages neufs ou de réparations, partout dans le monde. Parmi les plus connues, on peut citer :

- Le pont routier de Bourg-lès-Valence en France, premier pont construit avec cinq poutres préfabriquées en BUHP et assemblées in situ avec du béton coulé (2000-2001).
- La passerelle piétonne de Sakata-Miraï (**Figure 1.1**), au Japon (en Ductal), d'une portée de 50 m (2002).
- La passerelle de la Paix à Séoul en 2004, où un arc de 120 m de long entièrement conçu en BFUP porte un cheminement piéton.
- La toiture hélicoïdale en voile mince de la gare de péage du viaduc de Millau (**Figure 1.2**), d'une longueur de 98 m et d'une largeur de 28 m, composée de 53 éléments en Ceracem (2004).
- Le pont de Saint-Pierre la Cour (2005).
- La passerelle piétonne de la Fulda (à Cassel, en Allemagne) d'une portée de 50 m (2004-2005).
- La passerelle des Anges du pont du Diable à Saint Jean de Fos (Hérault) en 2007.
- Le musée MUCEM à Marseille en 2013 (**Figure 1.3**).
- Le stade Jean Bouin à Paris en 2014.

Les structures en BFUP ont vu le jour dans différents pays après la publication des recommandations provisoires de l'AFGC en 2002, guide de conception français sur les BFUP. Ces recommandations ne concernent que des BFUP destinés à des applications structurelles. Compte tenu de l'expérience française, les BFUP ont une résistance à la compression d'au moins 150 MPa. Leur non-fragilité résulte de l'emploi de fibres d'acier (ou d'autre fibres). En 2016, une norme [NF P18-470, 2016] applicable aux BFUP pour les ouvrages et aux BFUP pour les éléments non structurels a été adoptée en France.



Figure 1.1 : La passerelle piétonne de Sakata-Miraï.



Figure 1.2 : Toiture de la gare de péage du viaduc de Millau.



Figure 1.3 : Musée MUSEM à Marseille.

Le BUHP constitue un nouveau pas en avant dans la technologie du béton. C'est grâce à cette avancée que la technologie du béton atteint des nouveaux sommets. Ses propriétés uniques lui confèrent de vastes possibilités et en font une véritable alternative au bois ou à l'acier pour des applications spécifiques. Cette technologie prometteuse offre de multiples perspectives et propose ainsi l'emploi des BUHP dans de nouveaux domaines d'application. Le BUHP est largement utilisé pour les ponts aux États-Unis, où sa conception est généralement plus complexe que celle du BO [Graybeal et Davis, 2008]. Ce matériau a été adopté avec succès au cours des dernières années pour de nombreuses applications structurelles de haute gamme, notamment les ponts, les projets de protection militaire moderne, les immeubles de grande hauteur, les centrales nucléaires, ainsi que dans les projets de grande portée et certains projets structurels qui ont été soumis à des charges dynamiques pendant une longue période [Kim et al., 2013 ; Caixia et al., 2018]. Les propriétés exceptionnelles du BUHP ont intrigué les ingénieurs civils et ont suscité un intérêt croissant pour l'utilisation de ce matériau dans les applications d'infrastructure [Wang et al., 2015]. De plus, la très haute résistance à la compression rend les structures en BUHP plus légères par la réduction d'un tiers ou de la moitié du volume utilisé dans les structures en béton ordinaire.

Les BFUP actuellement présents sur le marché en France sont :

- Les divers bétons DUCTAL® issus du programme de recherche entre BOUYGUES, LAFARGE et RHODIA et commercialisés en France par LAFARGE,
- Le BSI®/CERACEM® conçu par le groupe EIFFAGE avec la société SIKA,
- Le BCV® élaboré par le cimentier Vicat et le groupe Vinci.

D'autres BFUP ont fait l'objet d'applications diverses :

- Le CEMTEC multiscale® développé par le LCPC, mis en œuvre sur plusieurs ouvrages en Suisse et au Canada.

1.3. Principes généraux de formulation des BUHP

Les performances remarquables des BUHP pourraient être atteintes en optimisant certains paramètres. Le processus de formulation des BUHP est fondé sur les principes suivants :

1.3.1. Amélioration de l'homogénéité

L'homogénéité et le contrôle de la qualité des matériaux en BUHP sont des préoccupations majeures pour leurs applications. Augmenter l'homogénéité du BUHP signifie l'élimination des problèmes d'hétérogénéité, liés aux bétons traditionnels, provoqués par les agrégats grossiers. Dans le BO, les granulats ont généralement une dureté plus élevée que la pâte de ciment et agissent comme un squelette. Cependant, en raison de la différence des propriétés thermiques et mécaniques entre les granulats et la matrice cimentaire, des contraintes de cisaillement et de traction peuvent se produire et entraîner des microfissures au niveau de l'ITZ (interfacial transition zone) [Shi *et al.*, 2015]. La taille des fissures est proportionnelle à la taille des granulats. La présence des fissures peut être associée à une diminution de la résistance et à une détérioration de la durabilité, ce qui réduit rapidement la durée de vie des ouvrages car la fissuration précoce facilite le transport d'agents agressifs qui, par diffusion, pénètrent plus profondément dans la structure.

La bonne conception du mélange BUHP vise une meilleure homogénéité grâce à la suppression des gros granulats au profit du sable fin dont la granulométrie n'excède pas les 600 μm [Richard et Cheyrezy, 1995 ; Zdeb, 2013]. Mounanga *et al.* [Mounanga *et al.*, 2012] ont amélioré l'homogénéité en incorporant du quartz concassé (QC), en substitution partielle de la fumée de silice (FS). Les ingrédients les plus courants ont une distribution granulométrique similaire à celle du ciment. Il en résulte une très bonne homogénéité du composite, qui se reflète directement dans la répartition réelle de la contrainte dans la zone de transition interfaciale (ITZ) entre la pâte de ciment et les agrégats dans le matériau. Autrement dit, l'ITZ dans le BUHP est identique à la matrice, ce qui améliore l'homogénéité de sa microstructure. Cette élimination des agrégats grossiers aurait pour effet de réduire de manière significative la taille des microfissures dans le BUHP [Shi *et al.*, 2015].

1.3.2. Amélioration de la compacité

La compacité, qui dépend étroitement de l'état de surface et la morphologie des grains, conditionne largement la qualité de l'empilement granulaire et, finalement, celle du béton. L'obtention d'un BUHP permettant d'atteindre des valeurs des résistances mécaniques élevées, ainsi qu'une excellente durabilité est basée sur la recherche d'une porosité minimale, associée à un rapport E/L très réduit [Shi *et al.*, 2015 ; Du *et al.*, 2021]. Il est bien connu que la porosité du béton est un facteur important agissant sur la durabilité de la structure en termes d'attaque d'agents agressifs ; elle est caractérisée par sa taille et son interconnexion [Shi *et al.*, 2015]. Grâce à l'utilisation optimisée des superplastifiants qui dispersent bien les particules fines, on obtient un meilleur empilement granulaire [Abdulkareem *et al.*, 2021]. Cela confirme l'effet bénéfique du superplastifiant sur l'homogénéité du BUHP [Courtial *et al.*, 2013].

La porosité et la distribution de la taille des pores peuvent être efficacement améliorées par l'utilisation de superplastifiants très performants et l'incorporation d'additifs minéraux à forte réactivité. L'ajout d'additions minérales, à activité pouzzolanique et/ou hydraulique latente tels que la FS et le laitier, contribue à l'augmentation de la compacité. Ces particules fines remplissent les espaces intergranulaires et réagissent avec la Portlandite issue de l'hydratation du ciment pour former des silicates de calcium hydratés (C-S-H) supplémentaires. Abdulkareem *et al.* [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)] ont rapporté que l'utilisation du LHF peut accélérer la réaction d'hydratation du ciment et également améliorer la compacité car sa finesse se situe entre celle du ciment et celle de la FS. La FS est l'ingrédient le plus

couramment utilisé dans les BUHP en raison de ses propriétés particulières, qui peuvent améliorer efficacement la rhéologie et les performances mécaniques [Xi *et al.*, 2022]. En raison de leur effet physique, ces ultrafines peuvent remplir les vides entre les particules de ciment, ce qui densifie considérablement la matrice du BUHP [Soliman et Tagnit-Hamou, 2017]. Ainsi, grâce à l'incorporation de particules de différentes tailles, il est possible d'obtenir un empilement optimal (**Figure 1.4**) et donc de maximiser la compacité du mélange.

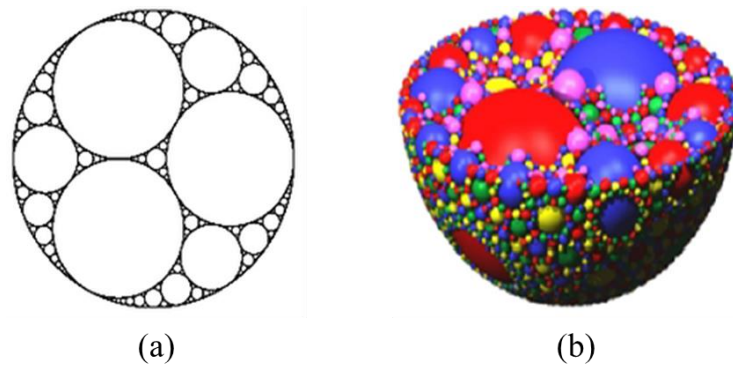


Figure 1.4 : Empilement granulaire (a) en 2D et (b) en 3D [Taberlet, 2005].

La compacité peut être améliorée en optimisant le mélange granulaire et en appliquant une pression avant et pendant la période de prise du béton [Richard et Cheyrezy, 1995]. Ces deux chercheurs ont indiqué que l'application d'une pression peut avoir trois effets : la réduction de l'air piégé, l'élimination de l'eau en excès et la compensation du retrait chimique. Zdeb [Zdeb, 2013] a également mentionné que soumettre le BUHP à la compression peut réduire la porosité et éliminer les bulles d'air du mélange.

Pour tendre vers un mélange plus homogène et plus compact, l'optimisation de la distribution granulaire s'avère l'idée adéquate proposée par de nombreux chercheurs. La sélection optimale de la distribution granulométrique de toutes les fractions solides est primordiale en raison de deux avantages ; le développement de la résistance et la contribution à une meilleure maniabilité.

1.3.3. Amélioration de la microstructure

La microstructure du BUHP est la clé de ses performances, lui conférant une très faible porosité. Ce matériau présente une microstructure ultra dense et uniforme en raison des effets fondamentaux suivants : (1) l'empilement serré des particules solides ; (2) l'hydratation et les réactions pouzzolaniques des additions cimentaires ; (3) l'amélioration de la qualité de l'ITZ entre les agrégats et la matrice [Shi *et al.*, 2015]. Mehdipour et Khayat [Mehdipour et Khayat, 2017] ont conclu que les forces entre les particules peuvent devenir élevées avec la réduction de la taille des particules, ce qui entraîne une amélioration de l'homogénéité et la microstructure du mélange. Il est admis que les composants des BUHP varient du millimètre au nanomètre [Richard et Cheyrezy, 1995]. L'abandon des granulats grossiers a pour principal objectif d'augmenter l'homogénéité et d'éviter en même temps d'affaiblir la microstructure, car la liaison entre les granulats grossiers et la pâte de ciment est la plus fragile du système [Abdulkareem *et al.*, 2021].

Il convient de noter que la microstructure interne du BUHP est principalement composée de particules de clinker de ciment non hydraté, de sable de quartz et de produits d'hydratation, tels que les C-S-H [Sorelli *et al.*, 2008]. Abdulkareem *et al.* [Abdulkareem *et al.*, 2021] ont constaté que de nombreuses particules de laitier et de FS anhydres ou partiellement hydratées sont présentes dans la microstructure du BUHP élaboré. Ces particules, avec une surface spécifique élevée, agissent donc comme des fillers et participent largement dans la densification de la microstructure. Les hydrates issus de la réaction

pouzzolanique remplissent parfaitement l'ITZ. Cela conduit donc à un BUHP plus performant, dont la résistance et la durabilité sont principalement attribuées à une matrice composite très compacte avec pratiquement une porosité nulle [Abdulkareem *et al.*, 2021]. La FS contribue à l'amélioration de la microstructure du béton en diminuant sa porosité, d'où l'amélioration des propriétés mécaniques et de durabilité. Grâce à ces ultrafines, la porosité des hydrates est également plus fine. Les C-S-H pouzzolaniques, formés à partir de la réaction de la FS, possèdent une structure plus dense que les C-S-H conventionnels issus de l'hydratation du ciment Portland.

Le traitement thermique peut être appliqué comme une stratégie pour améliorer la microstructure du BUHP. Il a été démontré que l'utilisation d'une température de cure élevée accélère l'hydratation du ciment et favorise les effets pouzzolaniques des ajouts minéraux [Abdulkareem *et al.*, 2021]. Les racines de cette stratégie remontent à 1994, lorsque des recherches ont été menées en France et au Canada pour améliorer la microstructure des BUHP. Dans la plupart des études rapportées, deux types de traitement thermique sont utilisés. Dans le premier, le traitement à la vapeur à basse pression à environ 90 °C accélère le processus d'hydratation du ciment et améliore l'activité pouzzolanique des ajouts. L'effet positif de cette technique est lié à la formation des quantités supplémentaires des C-S-H, ce qui entraîne directement une réduction de la porosité du composite [Zdeb, 2013]. La deuxième procédure est le processus d'autoclavage réalisé à 250 °C. Ces conditions provoquent l'apparition de formes cristallines de silicates de calcium hydratés. La modification de la microstructure de la matrice par application d'un traitement thermique approprié entraîne l'augmentation des propriétés mécaniques et de durabilité.

1.3.4. Amélioration de la ductilité

Le béton est un matériau typique quasi fragile, avec une faible résistance à la traction. Pour remédier à ce problème, il est nécessaire de rajouter des fibres qui lui confèrent un comportement plus ductile [Shi *et al.*, 2015]. L'incorporation de ce composant clé des BFUP peut prévenir et contrôler l'initiation ou la propagation, et par conséquent les propriétés du mélange seront modifiées. Les fibres participent à la reprise des efforts de traction secondaires. Lorsqu'une charge agit sur un béton renforcé de fibres, les fibres ne supportent pas la charge directement, mais la matrice le fait. La charge est transmise aux fibres par l'interface entre les fibres et la matrice [Shi *et al.*, 2015]. L'excellente ténacité et la résistance aux chocs de BFUP sont attribuées à la présence de fibres. À l'heure actuelle, les fibres utilisées dans le béton comprennent principalement des fibres de carbone et d'acier.

D'après des études antérieures [Zhang et Li, 2001 ; Caixia *et al.*, 2018 ; Shen *et al.*, 2018], les fibres limitent la déformation due au retrait par le biais de la liaison interfaciale. La réduction du retrait de la matrice cimentaire est attribuée à l'effet restrictif des fibres d'acier dans le BFUP. L'apparition de fissures peut être retardée en raison du transfert de contraintes de la matrice aux fibres. Par conséquent, le comportement de retrait du BFUP est fortement affecté par les caractéristiques des fibres telles que leur quantité, leur forme, leur taille, leur dispersion et leur orientation [Wille *et al.*, 2011 ; Fehling *et al.*, 2014]. Le taux de fibres nécessaire pour garantir la non fragilité du matériau est très important. En raison de la présence d'un volume élevé d fibres (> 2%), le matériau présente un comportement parfaitement écrouissant [Graybeal, 2008]. Les taux de fibres mis en œuvre dans les BFUP leur confèrent des résistances à la traction et au cisaillement tout à fait intéressantes qui permettent de s'affranchir, dans certains cas, du ferraillage passif secondaire.

Bien que les fibres procurent une meilleure ductilité et des performances nettement améliorées en agissant sur le processus de fissuration, leur coût élevé peut limiter l'application de la technologie du BFUP.

1.4. Constituants du mélange BUHP

Dans cette partie, on va passer en revue brièvement les composants traditionnels qui rentrent dans la composition des BUHP. Les sections suivantes décrivent les matières premières (composants granulaires et adjuvants) qui forment généralement les BUHP. Une attention particulière sera accordée au laitier de haut fourneau, qui sera utilisé dans notre étude comme un substitut au ciment.

1.4.1. Le ciment

Le ciment est un liant hydraulique permettant, dès son contact avec de l'eau, de produire un solide possédant des propriétés de cohésion et de résistance propices à son utilisation comme colle des matériaux. Ce composant doit permettre au mélange d'atteindre une classe de résistance donnée, tout en assurant une bonne maniabilité et une finition de qualité.

La formulation des BUHP se distingue par l'utilisation d'une grande quantité de ciment, généralement comprise entre 800 et 1200 kg/m³ selon la plupart des études [Eide et Hisdal, 2012 ; Ahmed *et al.*, 2021]. Le ciment utilisé pour la production d'un mélange BUHP est conforme à la norme française NF EN 197-1 [NF EN 197-1, 2012]. La teneur élevée de ce constituant principal affecte non seulement les coûts de production, mais aussi la chaleur d'hydratation et la stabilité dimensionnelle [Shi *et al.*, 2015]. Ce dosage considérable de ciment, beaucoup plus élevé que pour le BO, auquel vient s'ajouter aussi des ultrafines, a pour objectif de réduire au maximum la porosité (absence de la porosité capillaire), et d'améliorer, par conséquent, les propriétés mécaniques et de durabilité du matériau [Abdulkareem *et al.*, 2021].

La sélection judicieuse du type de ciment, à savoir sa classe, sa composition minéralogique et chimique ainsi que sa surface spécifique, est très importante. Pour obtenir de meilleures performances, ce choix porte généralement sur le ciment Portland ordinaire (CPO) à haute résistance [Bahedh et Jaafar, 2018]. On privilégie souvent les ciments à finesse Blaine modérée (4000 cm²/g) et à faible teneur en C₃A (< 6%) pour réduire la demande en eau, la formation d'ettringite et la chaleur d'hydratation [Richard et Cheyrez, 1995 ; Wille *et al.*, 2011 ; Shi *et al.*, 2015 ; Ahmad *et al.*, 2015 ; Abdulkareem *et al.*, 2018 (a), Ahmed *et al.*, 2021]. La rhéologie des BUHP étant fortement liée à la réactivité du ciment employé, il semble que le meilleur ciment en termes de caractéristiques rhéologiques et de performances mécaniques est le ciment avec un module de silice élevé. Cependant, ce type de ciment présente l'inconvénient d'une prise très lente, ce qui empêche certaines de ses applications [Ahmad *et al.*, 2015]. Les ciments sélectionnés dans la formulation des BUHP ont généralement des classes de résistance 42,5 [Lin *et al.*, 2019 ; Çelikten *et al.*, 2019 ; Ting *et al.*, 2019] et 52,5 [Liu *et al.*, 2018 ; He *et al.*, 2018 ; Lim *et al.*, 2019]. Selon Bonneau *et al.* [Bonneau *et al.*, 1997], un ciment CEM I 52,5 PM ES permet d'obtenir de très bonnes performances rhéologiques et mécaniques. En effet, ce ciment est marqué par une faible teneur en C₃A et une teneur élevée en C₃S qui favorise le développement d'une haute résistance mécanique. Il existe également des tentatives prometteuses avec d'autres types de ciment. Strunge et Deuse [Strunge et Deuse, 2008] ont utilisé des ciments microfins, dont la taille des particules se situe entre celle du ciment Portland et celle de la FS pour la confection de BUHP. D'autres types de ciment tels que le ciment au laitier CEM III ont été utilisés avec succès pour la mise au point de BFUP présentant des résistances en compression élevées (162 MPa) [Toledo Filho *et al.*, 2012]. Récemment, Park *et al.* [Park *et al.*, 2022] ont introduit un ciment Portland blanc de type I pour produire des BUHP.

1.4.2. Le sable

Les normes NF EN 12620 [NF EN 12620, 2008] et NF P18-545 [NF P18-545, 2021] définissent le sable comme étant un granulat naturel 0/D, avec D (diamètre du plus gros granulat) limité à 4 mm. Il peut

s'agir soit d'un sable naturel alluvionnaire (ou de ballastière), soit d'un sable de carrière résultant du concassage d'une roche massive.

Pour améliorer l'homogénéité du BUHP, les agrégats grossiers sont remplacés par du sable de quartz fin dont la taille maximale est recommandée à 600 μm [Richard et Cheyrezy, 1995]. Ce composant constitue le plus gros granulat du BUHP. Il représente la plus grande proportion du mélange avec environ 41% en masse [Ahmad *et al.*, 2015]. Ce type de sable de granulométrie fine est utilisé dans la conception des BUHP pour obtenir de meilleures performances. L'élimination des agrégats grossiers dans les mélanges de BUHP joue un rôle important dans la réduction de l'épaisseur maximale de la pâte, qui est également un facteur clé dans la conception des mélanges de BUHP. Le choix approprié de cet ingrédient permettrait d'assurer une bonne interface entre la matrice cimentaire et les granulats. Pour obtenir une matrice très homogène ainsi qu'un minimum de vides, un sable finement classé entre 150 et 600 μm est le plus recommandé [Richard et Cheyrezy, 1995 ; Ahmad *et al.*, 2015]. Les particules de sable d'une taille inférieure à 150 μm doivent être écartées pour éviter toute interférence avec les plus grosses particules de ciment (80-100 μm). Selon Ahmad *et al.* [Ahmad *et al.*, 2015], un sable dont la taille moyenne des particules est d'environ 250 μm pourrait être plus optimal. Ainsi, le sable de plage (lavé pour éviter les ions chlore) et le sable de dune fin, de forme arrondie, de nature siliceuse et dont le taux d'absorption d'eau est faible, semblent parfaitement adaptés à la fabrication de BUHP à rhéologie optimale [Ahmad *et al.*, 2019].

1.4.3. Les additions

Comme nous l'avons mentionné précédemment, afin d'atteindre des performances élevées, une grande quantité de ciment (800-1200 kg/m^3) et un rapport eau/liant très faible (E/L, 0,15-0,25) sont utilisés pour la production du BUHP. Cette teneur élevée en ciment affecte non seulement les coûts de production, mais aussi la chaleur d'hydratation et elle contribue au développement rapide des déformations endogènes [Loukili *et al.*, 1999]. De plus, la grande teneur en ciment confère une empreinte carbone très élevée (environ 750 à 1200 kg/m^3) au béton [Yu *et al.*, 2015 ; Ahmed *et al.*, 2021]. Des travaux antérieurs ont conclu que, en raison du rapport eau/liant extrêmement faible, le degré d'hydratation du ciment n'était que d'environ 30 à 40 %, tandis que le ciment non hydraté résiduel sert à combler les vides et densifier, avec des particules fines, la microstructure du BUHP [Wang *et al.*, 2018]. Actuellement, le monde ayant tendance à adopter une construction plus écologique. Par conséquent, il est urgent de remplacer le ciment non hydraté par des additions minérales moins impactantes. Habituellement, divers types d'additifs cimentaires, présentant une finesse supérieure à celle du ciment, sont généralement ajoutés au béton en complément ou en substitution partielle d'une certaine quantité de ciment pour avoir une bonne qualité de produit et garantir une durée de vie plus longue [NF EN 206+A2, 2021]. Ce recours aux ajouts minéraux constitue une alternative très intéressante du point de vue des résistances mécaniques et de la rhéologie. Les aspects économiques et environnementaux ne sont pas à négliger non plus : dans le cas d'une substitution, le coût de l'ajout est généralement inférieur à celui du ciment et les ajouts présentent généralement des bilans carbones meilleurs que ceux du clinker.

Nous rappelons ci-dessous les caractéristiques de trois types d'additions, utilisées dans ce travail de recherche (FS, QC et LHF), à travers leur fabrication, leurs différentes caractéristiques ainsi que leurs impacts sur la microstructure et les performances des bétons.

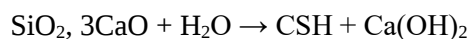
1.4.3.1. La fumée de silice (FS)

La FS est un coproduit industriel issu essentiellement de la production de silicium et d'alliages. Il s'agit d'une poudre minérale amorphe dont le diamètre typique est de 0,2 μm [Shi *et al.*, 2015]. Sa couleur est le plus souvent « gris clair ». Cette ultrafine, historiquement considérée comme le coproduit le plus

performant, est fréquemment utilisée dans la fabrication des BUHP grâce à sa très grande finesse, sa forte teneur en silice et sa structure essentiellement vitreuse. Ce coproduit industriel est l'un des principaux composants du BUHP. En raison de sa surface spécifique élevée, la FS a été choisie dans l'idée que les particules de ciment non hydratées, associées à des particules plus fines et hautement pouzzolaniques, fournissent un effet de remplissage accru et augmentent la résistance et la durabilité du béton. En effet, les petites particules de FS favorisent une grande attraction de Van Der Waals, améliorant ainsi la liaison entre les particules [Gupta, 2014]. L'ajout de cet élément, en tant que source potentielle de silice, remplit trois fonctions principales [Ahmad *et al.*, 2015] :

- Effet de remplissage (effet filler) par l'occupation des vides entre les grains de ciment. Sa finesse extrêmement élevée (15-35 m²/g) procure un effet de remplissage physique conduisant alors à l'augmentation de la compacité du matériau, et par conséquent, à la réduction de la porosité et de la perméabilité.
- Effet lubrifiant du mélange grâce à la forme parfaitement sphérique des particules. Ces ultrafines, bien dispersées dans le système cimentaire, peuvent déplacer les molécules d'eau piégées à proximité des grains de ciment et les libérer pour qu'elles puissent contribuer à la fluidification du mélange. De plus, l'incorporation de cette addition pouzzolanique minimise le ressuage interne et externe. Cette réduction du ressuage est bénéfique à la qualité de la zone de transition pâte-granulats.
- Effet pouzzolanique en produisant des C-S-H secondaires par la réaction pouzzolanique avec le Ca(OH)₂ provenant de l'hydratation primaire du ciment [Richard et Cheyrezy, 1995]. Cette phase de C-S-H lie les différents composants entre eux pour créer une matrice cimentaire dense et compacte, ce qui permet d'améliorer les propriétés mécaniques et la durabilité des BUHP.

Sa finesse et ses propriétés pouzzolaniques confèrent à la FS une forte réactivité avec la Portlandite produite durant le processus d'hydratation :



Bien que la FS soit l'un des produits hautement pouzzolaniques les plus populaires qui garantissent des propriétés avancées, de nombreux auteurs ont des opinions différentes sur la définition de la teneur optimale en FS pour obtenir la résistance la plus élevée. Selon des études antérieures, le dosage optimal de remplacement est d'environ 25 % du ciment Portland [Richard et Cheyrezy, 1995]. Chan et Chu [Chan et Chu, 2004] ont proposé que la proportion de FS soit comprise entre 20 et 30 % en termes de caractéristiques d'adhérence. D'autres chercheurs ont conclu qu'une augmentation de la résistance à la compression a été observée à un taux de remplacement du ciment par de la FS de 30 à 35 % [Yang, 2000]. Dans un béton à base de ciment Portland, 18 % de FS, en poids des matériaux cimentaires, sont suffisants pour la consommation totale du Ca(OH)₂ libéré par l'hydratation du ciment [Vagelis, 1999]. Généralement, le rapport FS/ciment utilisé pour les BUHP est de 0,25. Ce rapport correspond à une performance de remplissage optimale et il est proche du dosage requis pour la consommation complète de la Portlandite résultante de l'hydratation du ciment [Ahmad *et al.*, 2015]. Cependant, l'hydratation du ciment est incomplète dans un BUHP et la quantité de FS disponible est supérieure à celle requise par la réaction pouzzolanique. L'utilisation d'une teneur élevée en FS dans les matériaux à base de ciment pose quelques problèmes. Ce composant, initialement considéré comme un déchet industriel, est devenu un constituant relativement coûteux pour la formulation des produits en béton avec la demande en augmentation continue [Juenger et Siddique, 2015]. Sa teneur variable en carbone peut diminuer la fluidité du BFUP et augmenter la demande en eau et en superplastifiant. L'incorporation de FS conduit à un allongement de temps de malaxage afin d'assurer une dispersion homogène des particules, et rend

parfois le béton collant. Cette ultrafine augmente la pression capillaire due à la porosité fine des BUHP, ce qui conduit à un retrait endogène plus prononcé [Li *et al.*, 2010 ; Ghafari *et al.*, 2016]. De plus la FS peut entraîner une couleur de surface sombre du béton, ce qui est un problème esthétique [Shi *et al.*, 2015].

Le coût élevé et la disponibilité limitée de la fumée de silice limitent considérablement son usage massif dans la fabrication des BUHP. Par conséquent, afin de produire des BUHP à moindre coût et avec moins d'émissions de CO₂, il est urgent de sélectionner d'autres ajouts cimentaires pour remplacer partiellement ou complètement la FS et/ou le ciment [He *et al.*, 2018]. L'utilisation de métakaolin, de filler calcaire, de cendres volantes (CV) et de laitier de haut fourneau granulé moulu (LHF) comme alternative à la FS dans les BUHP pourrait permettre d'atteindre cet objectif [Yazici *et al.*, 2008 ; Yazici *et al.*, 2010 ; Taфраoui *et al.*, 2016 ; Burroughs *et al.*, 2017].

1.4.3.2. Le laitier de haut fourneau (LHF)

Le laitier de haut fourneau (LHF) est un coproduit non métallique de l'industrie sidérurgique, provenant de la fabrication de la fonte. La fusion du minerai dans les hauts fourneaux entraîne la séparation gravitaire de la fonte liquide (en partie inférieure car sa densité est de 7 à 8 g/cm³) et un résidu surnageant, également liquide avec une densité d'environ 2,8 à 3 g/cm³, appelé laitier en raison de sa couleur claire (lorsqu'il est à température ambiante). Il sort du trou de coulée à une température de l'ordre de 1500 °C. En fonction du processus de refroidissement, deux formes de laitier de haut fourneau peuvent être obtenues (**Figure 1.5**) :

- Le laitier vitrifié (ou granulé) est obtenu par refroidissement rapide par trempe (arrosage abondant d'eau sous haute pression). Ce processus conduit à la formation d'un matériau sous forme de grains millimétriques (granulation). Il s'agit d'un produit vitreux désordonné possédant une énergie interne plus importante qu'à l'état cristallin, ce qui le rend plus réactif chimiquement. Après broyage, ses particules fines de granulométrie voisine de celle de ciment, voire plus fines, lui confèrent un caractère hydraulique latent. D'où l'intérêt de son exploitation dans l'industrie cimentière. Ce laitier est essentiellement valorisé comme addition pour les liants hydrauliques dans la formulation des bétons, mortiers ou coulis selon la norme [NF EN 15167-1, 2006]. Le laitier vitrifié est également utilisé comme ajout pour une application d'assise de chaussée conforme à la norme [NF P98-107, 2009].

- Le laitier cristallisé est obtenu par refroidissement lent. Après sa séparation de la fonte, le laitier est dirigé vers des fosses où il va refroidir et se cristalliser à l'air libre, lentement sous forme de roche. Sa structure minéralogique est cristalline stable. Son hydraulicité si elle existe n'est que très faible. Ce produit peut être concassé et criblé pour être valorisé en tant que granulats pour bétons ou enrobés bitumineux, conformément aux normes européennes [NF EN 13043, 2003 ; NF EN 13242, 2008 ; NF EN 12620, 2008].

En France, environ 80 % des LHF sont vitrifiés et 20 % restent cristallisés. Les sites français produisant des laitiers de haut fourneau vitrifiés sont implantés à Dunkerque et Fos-sur-Mer.

Dans ce travail de recherche, le laitier granulé moulu (produit Ecocem) est utilisé. Ce projet de thèse sera donc limité à cette forme de laitier qui sera traitée en détail dans cette étude. Dans ce qui suit, le terme de laitier se référera uniquement au matériau vitreux.

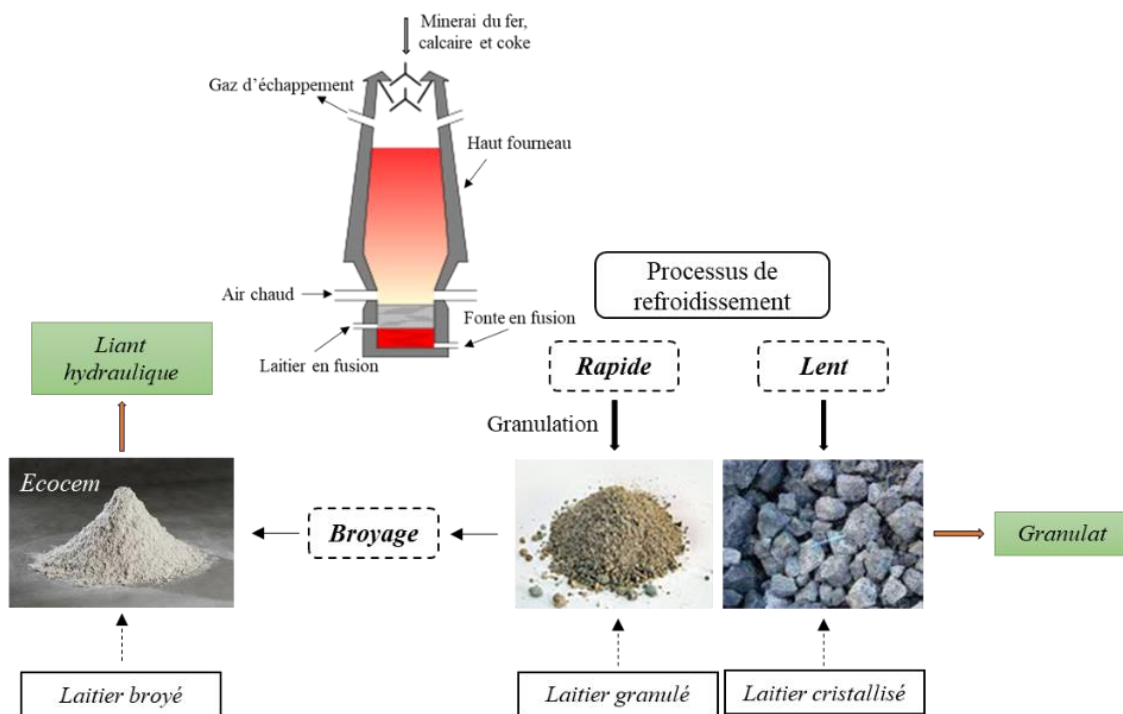


Figure 1.5 : Mode d'élaboration des différents types de laitiers.

Le LHF peut être ajouté soit directement dans la composition du ciment (cas du ciment CEM III selon la norme [NF EN 197-1, 2012]), soit vendu séparément et introduit dans la formulation des bétons comme une addition minérale. Il a été utilisé, comme matériau de substitution au ciment dans le BUHP, depuis de nombreuses années [Yazici *et al.*, 2010 ; Abdulkareem *et al.*, 2018 (a); Abdulkareem *et al.*, 2018 (b); Duramana et Richardson, 2020; Yalçınkaya et Çopuroğlu, 2021; Abdulkareem *et al.*, 2021; Ahmed *et al.*, 2021; Ha *et al.*, 2022]. Le recours aux laitiers est certainement la voie la plus prometteuse qui répond aux diverses exigences esthétiques, techniques et environnementales. En effet, les bétons contenant du laitier présentent un aspect esthétique plus régulier. Sur le plan technique, il a été démontré que le LHF améliore les propriétés à l'état frais et durci des produits de BUHP [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)]. Cet ajout est marqué par une vitesse de dégagement de chaleur assez lente. Par conséquent, il est bien adapté aux bétons massifs. Du point de vue environnemental, l'utilisation de LHF, introduit avec du ciment Portland ou en remplacement partiel, présente une empreinte carbone réduite [ACI, 2011]. La fabrication d'une tonne de laitier moulu Ecocem en France émet en moyenne 100 kg de CO₂ (allocation économique), soit en moyenne 8 fois moins qu'une tonne de ciment ordinaire. Selon France Ciment [France Ciment, 2023], la production d'une tonne de ciment Portland CEM I libère environ 752 kg de CO₂. Grâce à ses nombreuses qualités, le laitier, en tant qu'une addition prometteuse, a suscité beaucoup d'intérêt pour être utilisée avec succès dans plusieurs domaines d'application.

La composition chimique du LHF dépend non seulement du procédé technologique de la fabrication de la fonte, mais aussi de la nature du minerai et des différentes additions effectuées dans le haut fourneau. Ce matériau hydraulique latent est composé majoritairement de chaux (CaO, 30-50 %), de silice (SiO₂, 27-40 %), d'alumine (Al₂O₃, 5-15 %) et de magnésie (MgO, 1-10 %) [Bellmann et Stark, 2009]. Ce sont les quatre principaux constituants. Divers autres oxydes secondaires en quantité insignifiante peuvent être présents (TiO₂, MnO, Fe₂O₃, etc.). Tous ces composants étant pratiquement les mêmes que ceux du clinker. Le **Tableau 1.1** montre une composition type d'un laitier utilisé dans une étude précédente [Ahmed *et al.*, 2021]. La composition chimique des LHF varie largement en fonction de leur origine (entre les usines).

Tableau 1.1 : Exemple de composition chimique de LHF [Ahmed et al., 2021].

Constituant	Teneur en %
CaO	42,8
SiO ₂	31,14
Al ₂ O ₃	13,04
MgO	5,46
Fe ₂ O ₃	0,81
K ₂ O	0,3
MnO	0,17
Na ₂ O	0,28
P ₂ O ₅	0,02
TiO ₂	0,56

Le laitier peut être caractérisé par sa réactivité hydraulique (ou hydraulicité) et pouzzolanique. Cette réactivité dépend étroitement de plusieurs paramètres (minéralogie, critères chimiques, finesse, etc.).

- Effet de la minéralogie : le laitier vitrifié possède une structure vitreuse instable et désordonnée riche en énergie (c'est-à-dire qu'il n'y a pas d'arrangement atomique) [Divet et Le Roy, 2013]. Le caractère vitreux confère au laitier la faculté de réagir et de former des produits d'hydratation. Une fois broyé, cet ajout présente des propriétés hydrauliques latentes qui ne peuvent être accélérées que sous l'effet d'une activation basique ou autre. Il est bien connu que l'état vitreux est le plus actif chimiquement. La norme [NF EN 15167-1, 2006] exige que le laitier granulé soit composé d'au moins deux tiers en masse de laitier vitreux. Le verre, la partie la plus active dans le laitier, se dissout pour donner naissance aux hydrates solides, qui induisent la prise et le durcissement du laitier. Cette hydraulicité doit être stimulée par un activant basique pour être efficace au développement des résistances mécaniques [Abdulkareem et al., 2018 (b)].

- Effet de la composition chimique : les critères chimiques sont également un facteur déterminant de la réactivité des laitiers. La chaux (CaO) améliore la réactivité tandis qu'une teneur élevée en silice (SiO₂) et en oxyde de manganèse (MnO) la fait baisser. Un dosage strictement inférieur à 15 % en oxyde de magnésium (MgO) s'avère utile pour augmenter l'activité hydraulique du LHF [Smolczyk, 1978]. Ben Haha et al. [Ben Haha et al., 2011] ont prouvé qu'une teneur plus importante en MgO entraînait une réaction plus rapide et des résistances à la compression plus élevées au jeune âge. En ce qui concerne l'effet de l'alumine (Al₂O₃), il a été démontré que le laitier phosphoré a une réactivité relativement plus faible que le laitier ordinaire en raison de sa teneur plus faible en Al₂O₃ [Yang et al., 2019 (a)]. Le raffinement des pores est bénéfique pour la durabilité du BUHP. Cependant, en raison de la teneur élevée en Al₂O₃ des cendres volantes (CV), le calcium de la solution est rapidement consommé par l'aluminate pour précipiter l'ettringite à la surface des CV, créant ainsi un effet négatif [Du et al., 2021]. La réduction de la concentration en calcium réduit la formation de produits d'hydratation riches en calcium au jeune âge. Par conséquent, l'utilisation de CV retarde le processus d'hydratation et réduit les résistances mécaniques au jeune âge [Wei et al., 1985 ; Moradian et al., 2019]. Contrairement aux CV, le laitier a une faible teneur en Al₂O₃ [Wei et al., 1985]. L'ajout de laitier dans le BUHP a moins d'effet retardateur sur le développement des résistances mécaniques que les CV [Yu et al., 2015]. Sakulich et al. [Sakulich et al., 2010] ont étudié l'influence de l'ajout d'alumine aux laitiers activés avec des solutions de NaOH. Ils ont observé une augmentation de la résistance à la compression après 7 et 28 jours en ajoutant de faibles quantités d'Al₂O₃, tandis qu'un ajout supplémentaire d'Al₂O₃ a provoqué un retard de l'hydratation et n'a pas amélioré la résistance mécanique. Tanzer et al. [Tanzer et al., 2015] ont montré que la variation de la teneur en Al₂O₃ du laitier conduit à des résultats différents. Une augmentation de la teneur en Al₂O₃ augmente la résistance lors de l'activation avec du NaOH mais entraîne une diminution de la résistance en cas d'activation avec du silicate de potassium.

La composition chimique joue donc un rôle très important sur l'hydraulicité des laitiers. C'est pourquoi divers indicateurs empiriques ont été proposés pour évaluer le caractère hydraulique du LHF. L'indice le plus connu est l'indice de basicité. Ce module est défini comme étant le rapport de la somme des éléments basiques du laitier sur la somme des oxydes acides (CaO/SiO_2). Pour une réactivité accrue, ce paramètre doit avoir une valeur de 1,3 à 1,4 (un laitier de basicité élevée) [Divet et Le Roy, 2013]. Selon la norme [NF EN 15167-1, 2006], l'indice d'activité correspond au ratio (en pourcentage) de la résistance à la compression de prismes de mortier incorporant 50 % en masse de LHF et 50 % de ciment, par rapport à la résistance à la compression d'un mortier normalisé composé de 100 % de ciment, testés au même âge. Un autre indicateur pour définir l'hydraulicité est le module d'activité ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$). Pour une valeur comprise entre 0,17 et 0,25, le laitier est considéré comme basique et donc plus réactif.

- Effet de la finesse : la granulométrie est un facteur prédominant influençant la demande en eau et la réactivité hydraulique des LHF. Plus le laitier est fin, plus la réactivité hydraulique et les résistances mécaniques sont élevées. Gupta [Gupta, 2016] a étudié l'effet de trois finesses différentes de LHF (400 ± 4 , 556 ± 5 et 750 ± 5 m^2/kg) sur les propriétés des BUHP. Les résultats ont montré que l'incorporation de laitier d'une finesse de $556 \text{ m}^2/\text{kg}$ a considérablement amélioré la résistance à la compression et à la flexion par rapport à la référence et au laitier d'une finesse de $400 \text{ m}^2/\text{kg}$. En ce qui concerne la durabilité, l'auteur a constaté que les laitiers d'une finesse de $556 \text{ m}^2/\text{kg}$ et $750 \text{ m}^2/\text{kg}$ présentaient une profondeur de pénétration nettement inférieure et une résistance très élevée à la migration des chlorures à 28 jours et 90 jours, indépendamment du pourcentage de remplacement des laitiers. Lorsque la surface spécifique du laitier est élevée, la surface de contact entre les phases vitreuses du LHF, l'agent d'activation et l'eau se trouve augmentée, ce qui permet une forte réactivité chimique du liant, et par conséquent des performances élevées. Mais dans la pratique, la finesse est limitée par des considérations économiques et des facteurs de performance tels que la rhéologie, le temps de prise et le retrait. Récemment, Zhou *et al.* [Zhou *et al.*, 2022] ont constaté que l'ajout du laitier ultrafin réduit considérablement la fluidité de la pâte composite. Une finesse plus importante demande des quantités accrues d'eau lors de la confection des matériaux cimentaires, ce qui compromet les propriétés physico-chimiques du béton, d'où l'utilité d'employer des laitiers ayant des finesses optimales.

1.4.3.3. Le quartz concassé (QC)

Le quartz concassé (QC) est une poudre, dont la taille des particules est d'environ 10 à 15 μm , résultant du concassage d'un sable très riche en silice ($\text{SiO}_2 > 98 \%$) le plus souvent utilisé dans la fabrication du verre. Cette addition est utilisée principalement comme agent de remplissage dans la formulation de BUHP. Cette poudre est considérée comme un composant réactif, elle intervient pour remplir les vides intergranulaires de la matrice [Ahmad *et al.*, 2015]. En cas de traitement thermique, le quartz broyé présente une réactivité encore plus élevée. La réactivité optimale est obtenue pour une granulométrie moyenne comprise entre 5 et 25 μm . La taille moyenne des particules du quartz broyé utilisées pour un BPR est de 10 μm , et appartient donc à la même classe granulaire que le ciment [Richard et Cheyrezy, 1995]. Afin d'améliorer l'homogénéité, plusieurs auteurs [Mounanga *et al.*, 2012 ; Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)] ont incorporé de la poudre de quartz en substitution partielle de la FS. Cet ajout vise également à réduire le coût de production de BUHP. L'utilisation de la poudre de quartz dans les matériaux à base de ciment pourrait présenter un grand intérêt en cas de traitement thermique [Zanni, 1996]. Les travaux réalisés par Tafraoui *et al.* [Taфраoui *et al.*, 2009] ont prouvé que l'addition de quartz concassé dans un BUHP traité thermiquement ne conduit pas à une augmentation remarquable de la résistance à la flexion (+ 2,6 %) mais favorise significativement la résistance à la compression (+ 8,2 %), grâce à la formation de nouvelles phases hydratées sous haute température.

1.4.4.L'eau (E) et le superplastifiant (SP)

Afin d'atteindre des performances très élevées, une grande quantité de ciment (800-1200 kg/m³) et un rapport eau/liant très faible (E/L, 0,15-0,25), associés à un empilement granulaire optimisé, sont utilisés pour la production des BUHP [Du *et al.*, 2021]. Le rapport E/C typique des BUHP est généralement compris entre 0,14 et 0,20 au lieu de 0,4 et 0,5, voire 0,6 pour le béton conventionnel [Shi *et al.*, 2015], cette plage assure non seulement la résistance la plus élevée mais garantit également que toute l'eau sera jointe à la formation des C-S-H de haute densité. Wille *et al.* [Wille *et al.*, 2011] ont obtenu une résistance à la compression supérieure à 150 MPa en utilisant un rapport E/L de 0,25. Par conséquent, on peut affirmer que le rapport E/L n'est pas le seul paramètre régissant la résistance du BUHP. Le régime de durcissement, les propriétés des ingrédients du mélange, les procédures de malaxage et le type de malaxeur sont également des facteurs importants. La quantité d'eau n'est pas suffisante pour une hydratation complète du ciment, ce qui implique qu'une part importante du ciment demeure non hydratée et joue le rôle d'un filler, contribuant ainsi à l'augmentation des performances mécaniques et de durabilité [Loukili *et al.*, 1999].

Il convient de noter que compte tenu des très faibles rapports E/L des BUHP, le manque d'eau pourrait réduire leur maniabilité. Cela pourrait engendrer des difficultés lors de la mise en œuvre de ces mélanges. Cependant, grâce aux progrès des superplastifiants (SP) depuis les années 1990, il est possible de produire du BUHP ayant une fluidité attrayante à l'état frais lui offrant une bonne qualité de mise en œuvre [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a) ; Du *et al.*, 2021]. L'utilisation d'un SP peut, sans modifier la consistance, réduire considérablement la demande en eau du mélange, ou peut, sans modifier la teneur en eau, augmenter significativement l'affaissement (ou l'étalement). L'emploi de cet adjuvant chimique peut avoir les deux effets à la fois. Les SP, généralement hauts réducteurs d'eau, sont donc nécessaires pour fluidifier le mélange, mais aussi pour disperser les grains. Cela permet ainsi de réduire efficacement la porosité et améliorer la résistance du béton [Shi *et al.*, 2015]. La sélection du SP est une étape critique pour la production des BUHP de haute qualité. L'incorporation d'adjuvants chimiques susceptibles de diminuer la tendance à la floculation des particules de ciment est la solution pour réduire la teneur en eau tout en gardant une ouvrabilité convenable du béton à l'état frais. Il s'agit d'adjuvants réducteurs d'eau ou superplastifiants haut réducteurs d'eau. Dans ce contexte, les polycarboxylates ont été les SP les plus efficaces pour les BUHP [Schröfl *et al.*, 2012]. De par leur fort pouvoir dispersant, les SP rendent possible la confection de bétons fluides avec des rapports E/L assez faibles. Il a été souligné que les SP à base de polycarboxylates peuvent permettre une réduction de l'eau jusqu'à 40 % [Zhang et Kong, 2015].

Une attention particulière doit être accordée à la compatibilité entre le SP et le liant, car les différents liants ne se comportent pas de la même façon avec tous les SP. Dans leur étude, Abdulkareem *et al.* [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)] ont comparé sept SP pour choisir le type le plus approprié. En se basant sur l'essai d'étalement au mini-cône d'Abrams, les auteurs ont constaté que le SP à base de polycarboxylates est le meilleur en termes de maniabilité et résistance mécanique. Le dosage requis de SP dépend largement de la compatibilité entre les ingrédients du mélange et le type de SP utilisé [Abbas *et al.*, 2016]. En général, un dosage compris entre 1,4 et 2,4 % (en poids de ciment) est recommandé [Wille *et al.*, 2011]. Le comportement chimique et physique du SP est dominé par la longueur, le degré de polymérisation et la densité des chaînes de greffage [Boukendakdji *et al.*, 2012]. En effet, une fois que la densité de la chaîne latérale diminue, l'adsorption des molécules augmente. En outre, la masse moléculaire des SP a un impact fondamental sur leur fonction, car plus la masse moléculaire des polymères est élevée, plus l'adsorption et la maniabilité sont relativement augmentées [Palacios *et al.*, 2009]. Par conséquent, plus la chaîne principale est courte et les chaînes latérales sont longues et abondantes, plus l'ouvrabilité est grande [Puertas *et al.*, 2005 ; Zingg *et al.*, 2009].

1.4.5. Les fibres

Comme mentionné précédemment, avec une formulation optimisée, on obtient assez facilement des résistances en compression supérieures à 150 MPa, mais le matériau devient plus fragile. Pour éviter ce problème, il est nécessaire de rajouter des fibres qui confèrent au BUHP un caractère ductile. Les fibres d'acier et de carbone sont couramment utilisées dans les matrices de BUHP en raison de leur résistance à la traction élevée [Shi *et al.*, 2015]. De nombreuses recherches ont rapporté que l'utilisation de fibres d'acier joue un rôle important dans l'amélioration de la résistance et de la ductilité et dans la réduction du retrait des BFUP [Qasim, 2018 ; Wu *et al.*, 2019]. La forme et le dosage des fibres sont deux paramètres clés qui influencent les propriétés du BFUP. Dans leurs travaux, Wu *et al.* [Wu *et al.*, 2019] ont examiné l'effet du dosage et de la forme des fibres d'acier sur la résistance mécanique, la ductilité et le retrait endogène et de séchage du BFUP. Trois formes de fibres d'acier, notamment des fibres droites, ondulées et à extrémités crochues, avec une fraction volumique allant de 0 à 3 %, ont été utilisées. Les résultats des tests ont indiqué que l'augmentation du volume de fibres peut améliorer les résistances à la compression et à la flexion du BFUP et réduire le retrait. La teneur optimale en fibres pour la résistance et le retrait était de 2 %, au-delà de laquelle la résistance était légèrement augmentée et le retrait légèrement réduit. Pour une teneur en fibres donnée, l'utilisation de fibres crochues s'est avérée la plus efficace pour améliorer l'adhérence et la résistance à la flexion de la matrice fibrée et réduire le retrait. Les fibres doivent être minces et courtes pour favoriser leur interaction avec la pâte cimentaire, ce qui permet d'augmenter la résistance à la traction et de contrôler la propagation des fissures tout en réduisant leurs ouvertures. Lim *et al.* [Lim *et al.*, 2019] ont montré que les nanofibres de carbone améliorent la microstructure ou la nanostructure de la matrice globale par une bonne dispersion et une distribution uniforme des nanofibres. La distribution et l'orientation des fibres ont également un effet considérable sur les propriétés mécaniques des BFUP [Kim *et al.*, 2011].

1.5. Propriétés constructives des BUHP

Dans cette partie, une revue de la littérature sur les propriétés rhéologiques, mécaniques et de durabilité du BUHP sera présentée.

1.5.1. Propriétés rhéologiques

Cette section décrit l'état des connaissances sur le comportement à l'état frais des BUHP afin de prendre en compte les conditions de mise en œuvre lors de leur production, notamment en usine. On s'intéresse ici à la maniabilité, qui est un paramètre clé pour la mise en place du béton frais. L'influence du LHF sur ces propriétés rhéologiques sera détaillée.

La composition de la matrice du BUHP doit répondre aux exigences de fluidité. En général, les BUHP formulés avec des ajouts minéraux ont une rhéologie différente de celle du béton ordinaire. Les BUHP présentent un comportement thixotrope, visqueux et compact au repos. Selon certains travaux [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)], le BUHP ne nécessite aucune vibration lors du coulage. Son excellente maniabilité lui permet d'être utilisé aussi bien en préfabrication que sur site. Il est bien admis que la qualité de la dispersion des particules, qui minimise leur agglomération, est un facteur clé pour obtenir une densité de remplissage optimale et une meilleure performance des matériaux [Wille et Boisvert-Cotulio, 2015]. Les forces d'attraction interparticulaires augmentent avec la diminution de la taille des particules et favorisent les agglomérations. Le BUHP se caractérise par l'utilisation d'une fraction élevée de particules super fines et un rapport E/L extrêmement réduit. Cela pose le problème d'une mauvaise maniabilité pour le mode de mise en place. D'où l'importance d'une sélection appropriée du superplastifiant basée sur des critères rhéologiques. Le choix se porte généralement sur un agent à fort pouvoir de défloculation compte tenu de la formulation particulière des composites BUHP [Parant,

2003]. Globalement, si les forces de Van Der Waals prévalent, le système est floculé, ce qui entraîne de mauvaises propriétés rhéologiques. Si les forces répulsives dominent, le système est défloculé. Lorsque des molécules organiques sont ajoutées dans une suspension, une grande partie d'entre elles vient se fixer à la surface des particules (adsorption) et modifie les forces d'interaction de Van Der Waals. Par rapport au béton conventionnel, la dispersion homogène des particules fines est un vrai défi dans le BUHP [Wille et Boisvert-Cotulio, 2015].

Afin de minimiser les agglomérations de particules, il est indispensable de signaler que la fabrication du BUHP pourrait nécessiter un malaxeur spécifique. Le malaxage du composite doit conduire à une excellente rhéologie pour rendre sa mise en œuvre possible [Parant, 2003]. Étant donné que le BUHP est composé de matériaux très fins, le procédé de malaxage classique pourrait ne pas être approprié. L'étude préliminaire menée par Abdulkarrem *et al.* [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)] consistait, dans un premier temps, à tester un malaxeur conventionnel. Le mélange ainsi testé était celui conçu par Mounanga *et al.* [Mounanga *et al.*, 2012], où la fumée de silice blanche utilisée a été remplacée par la fumée de silice grise. Après 30 minutes de malaxage, les auteurs ont constaté qu'il n'y avait pas de cohésion entre les grains et que le mélange n'était pas homogène pour deux raisons ; i) la faible vitesse du malaxeur et ii) la géométrie de sa pale. En conséquence, le malaxeur ne produit pas assez d'énergie pour favoriser la dispersion des particules et sa pale ne permet pas une forte contrainte de cisaillement pour disperser les constituants solides et homogénéiser le mélange de béton. Ces observations sont en accord avec celles de Parant [Parant, 2003] et de Cherkaoui [Cherkaoui, 2010]. Le premier a conclu que le malaxeur conventionnel n'est pas adapté au BFUP : ses pales agglomèrent les fibres et le temps de malaxage est augmenté. Pour le dernier, il a fallu plus de 20 minutes pour atteindre l'ouvrabilité requise d'un BUHP réalisé avec un rapport E/C de 0,16 (**Figure 1.6**).

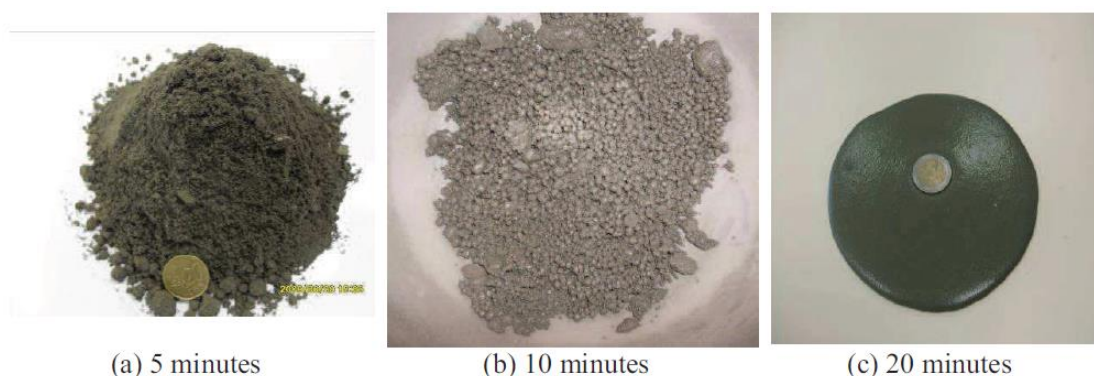


Figure 1.6 : Etats successifs du malaxage [Cherkaoui, 2010].

Pour éviter ce problème, Abdulkarrem *et al.* [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)] ont fait recours à un malaxeur à haute énergie (malaxeur intensif de marque Eirich). Il comporte une pale en étoile, une cuve inclinée à vitesse variable. Ce type est utilisé pour défloculer, désagréger puis mélanger des poudres sèches nécessitant de fortes contraintes de cisaillement et dont l'homogénéisation est un critère primordial. Après seulement 3,5 minutes de malaxage, un étalement de 300 mm a été obtenu. Leur travail confirme que 3,5 minutes sont suffisantes pour produire un BUHP avec 30 cm d'étalement et qu'au-delà de ce temps de malaxage, la maniabilité du béton n'est pas améliorée. Le malaxeur Eirich permet une dispersion optimale des particules et une bonne homogénéisation des mélanges de haute qualité avec un temps de production court. Dans le cadre de leur étude, Arora *et al.* [Arora *et al.*, 2019] ont mesuré un étalement de 355 mm, ce qui est comparable à celui du béton autoplaçant conventionnel. La **Figure 1.7** illustre le mélange du BUHP autoplaçant obtenu à l'aide d'un malaxeur rotatif. Ce malaxeur est nécessaire pour disperser les composants les plus fins du liant, en particulier la micro-silice et le métakaolin.

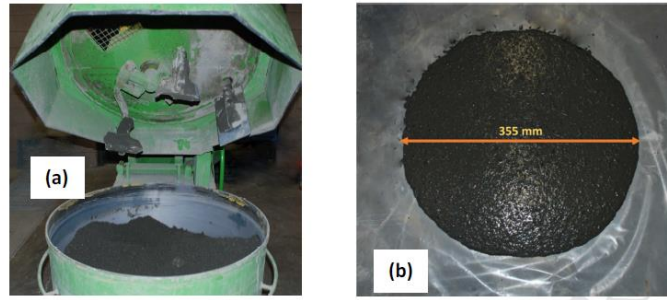


Figure 1.7 : (a) Malaxeur à cuve tournante Croker RP100XD, et (b) Essai d'étalement réalisé sur du BUHP frais, ne montrant aucune ségrégation [Arora et al., 2019].

Les facteurs qui peuvent affecter de manière significative le comportement rhéologique des BUHP sont le type du malaxeur, la procédure de malaxage, le temps de malaxage, la composition du mélange, la température, etc. [Fehling et al., 2014]. Ces paramètres doivent être vérifiés, en relation avec le liant utilisé et le type et le dosage du superplastifiant. Ensuite, la durée de préparation doit être optimisée.

L'incorporation du laitier dans le BUHP s'accompagne de multiples avantages, tels qu'une ouvrabilité améliorée, un gain de résistance supplémentaire, une perméabilité réduite et une empreinte carbone réduite. Plusieurs études ont montré que le LHF augmente la fluidité du BUHP. Pyo et Kim [Pyo et Kim, 2017] ont rapporté que l'ajout de laitier classique et de laitier fin augmente la fluidité du BUHP de 4,1 % et 11,6 %, respectivement, par rapport à l'échantillon de référence contenant uniquement de la FS. Ces résultats prouvent bien l'effet bénéfique d'un laitier finement broyé sur le comportement rhéologique de cette nouvelle génération de matrices cimentaires à faible teneur en eau. Yang et al. [Yang et al., 2019 (a)] ont signalé que l'utilisation de laitier phosphoré peut améliorer considérablement la maniabilité du BUHP. La maniabilité du BUHP peut augmenter de 17,2 % lorsque le taux de remplacement du ciment par du laitier est 34,2 %, car il réduit l'absorption d'eau. Abdulkareem et al. [Abdulkareem et al., 2018 (a)] ont constaté que la maniabilité est améliorée par l'ajout de laitier. Dans leur article, le dosage du superplastifiant a été réduit, avec une teneur en laitier de 30 %, pour atteindre le même étalement. Liu et al. [Liu et al., 2018] ont utilisé du ciment au laitier pour améliorer la fluidité du BUHP. L'observation expérimentale montre qu'un BUHP avec un étalement de 200 mm est considéré comme étant favorable au moulage du mélange frais. Le ciment au laitier augmente significativement la maniabilité du BUHP et réduit le dosage du SP. La substitution partielle de ciment Portland à 25 % par du ciment au laitier réduit le dosage du SP d'environ la moitié pour atteindre le diamètre de 200 mm. Cependant, Li et al. [Li et al., 2020 (a)] ont remarqué que le remplacement de 15 % du ciment par de laitier d'acier d'origines différentes diminue légèrement la fluidité du BUHP à cause de la surface spécifique plus élevée que celle du ciment, ce qui entraîne une demande en eau plus importante. Récemment, Zhou et al. [Zhou et al., 2022] ont révélé que l'effet du laitier sur la fluidité de la pâte composite dépendait de la taille de ses particules. Les auteurs ont prouvé que l'utilisation de laitier ultrafin diminue considérablement la fluidité de la pâte composite. Randl et al. [Randl et al., 2014] ont conclu que la surface spécifique du laitier fin et du laitier superfin pouvait améliorer la fluidité des BFUP. La fluidité a augmenté de 1,8% avec un remplacement de 38,5% de laitier fin et de 10,7% avec un remplacement de 38,5% de laitier superfin.

Il convient de souligner que le broyage supplémentaire augmente le coût du matériau et, par conséquent, la sélection d'un laitier réactif avec une finesse adéquate semble être une option plus intéressante pour améliorer les performances des composites cimentaires. L'analyse de la littérature permet de conclure qu'il existe une finesse optimale pour une utilisation efficace du laitier, au-delà de laquelle la finesse n'a aucun effet d'amélioration, voire un effet négatif sur les propriétés du béton. Il est important de noter que la taille des particules de laitier est un facteur important qui peut influencer les propriétés des BUHP.

Très peu de travaux ont été consacrés à l'étude des interactions physico-chimiques entre le ciment Portland et le LHF dans les mélanges multi-composants de BUHP. Le comportement au jeune âge de ces derniers est une préoccupation majeure, si l'on voudrait massifier l'usage de ce type de béton dans l'industrie de la construction.

1.5.2. Propriétés mécaniques

La performance du BUHP durci est évaluée en termes de propriétés mécaniques telles que la résistance à la compression, le module d'élasticité et la résistance à la traction [Ahmad *et al.*, 2015]. D'après la revue de la littérature [Richard et Cheyrezy, 1995 ; Tam *et al.*, 2012], les plages de propriétés mécaniques de cette nouvelle technologie à l'âge de 28 jours sont les suivantes : résistance à la compression - 130-260 MPa ; résistance à la traction par flexion - 30-60 MPa ; résistance à la traction par fendage - 6-8 MPa ; et module d'élasticité - 40-70 GPa. Le BUHP possède des résistances quatre fois supérieures à celles du béton conventionnel. Des résistances à la compression de l'ordre de 150 MPa, voire jusqu'à 250 MPa, sont généralement signalées pour les BUHP, grâce à une sélection rigoureuse des matériaux à base de ciment en tenant compte de leur granulométrie et de leur réactivité, de la qualité de cure (standard ou thermique), ainsi qu'un faible rapport eau-liant (0,15-0,25) pour assurer une microstructure ultra-dense [Reda *et al.*, 1999]. Richard et Cheyrezy [Richard et Cheyrezy, 1995] ont été les premiers à étudier les propriétés mécaniques des BPR. Ils ont formulé des BPR 200 et BPR 800 avec un rapport E/C compris entre 0,15 et 0,19. Dans cette même étude, les auteurs se sont intéressés à l'effet du moulage sous pression (avant et pendant la prise) et de la présence de fibres sur la résistance à la compression des matériaux confectionnés. En raison de sa résistance extrêmement élevée, le poids d'une structure construite uniquement en BUHP peut être réduit d'un tiers à la moitié du poids d'une structure traditionnelle en béton armé sous la même charge [Corinaldesi et Moriconi, 2012 ; Yoo et Banthia, 2016]. Certaines recherches [Mounanga *et al.*, 2012] ont attribué cette amélioration du comportement mécanique à une hydratation plus importante du ciment et à un empilement granulaire dense avec l'intégration de quartz concassé, qui introduit une distribution granulométrique intermédiaire entre le ciment et la FS utilisée.

La plupart des études menées sur le comportement mécanique des BUHP à base de laitier montrent que cet ajout a tendance à diminuer la résistance à la compression au jeune âge en raison de sa faible réactivité. Les chercheurs ont signalé que l'incorporation de laitier réduit la chaleur d'hydratation [Gupta, 2014 ; Yu *et al.*, 2015]. Par conséquent, le laitier a tendance à diminuer la résistance à la compression du BUHP à 3 jours ou plus tôt. La plupart des recherches ont révélé que les résistances à la compression à 3 jours des BUHP contenant du laitier diminuent d'environ 4,8 à 18,1 % par rapport aux échantillons de référence [Park *et al.*, 2021]. Le laitier peut augmenter la résistance à la compression du BUHP à un âge avancé ; la réaction hydraulique latente et pouzzolanique produit des C-S-H supplémentaires, ce qui améliore la microstructure du BUHP [Liu *et al.*, 2018]. Liu *et al.* [Liu *et al.*, 2018] ont constaté que la résistance à la compression augmente jusqu'à 9 % lorsque la teneur en laitier passe à 40 % du liant, car la réaction pouzzolanique du LHF s'accompagne de la consommation de Ca(OH)_2 et de la densification de la pâte durcie. Abdulkareem *et al.* [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)] ont rapporté que l'utilisation du laitier peut accélérer la réaction d'hydratation du ciment et également améliorer la microstructure car sa finesse se situe entre celle du ciment et celle de la FS.

Mounanga *et al.* [Mounanga *et al.*, 2012] ont comparé les propriétés mécaniques d'un BUHP (ERPC_4) à celles d'un béton ordinaire et d'un béton à hautes performances (avec FS). Dans le BUHP testé, la FS est partiellement remplacée par du quartz concassé (% FS = $25 \times \frac{3}{4}$). Le **Tableau 1.2** présente les performances mécaniques à 28 jours. La valeur de la résistance à la compression de l'ERPC était du même ordre que celles données par Richard et Cheyrezy [Richard et Cheyrezy, 1995], pour un BPR200

sans fibres durci à 20 °C. Un composite de ciment à ultra-hautes performances (UHPFRCC) renforcé par des fibres a été conçu à l'Université Fédérale de Rio de Janeiro (UFRJ) et a été produit à partir d'un ciment de laitier de haut fourneau CP III 40 (1011 kg/m³) [Toledo Filho *et al.*, 2012]. Une faible teneur en FS a été introduite (58 kg/m³). Les résultats des essais mécaniques sont également affichés dans le **Tableau 1.2**.

Le traitement thermique peut modifier la structure des hydrates pour les rendre encore plus performants. Ganech et Murthy [Ganech et Murthy, 2019] ont confirmé que le traitement thermique accélère la réaction d'hydratation et permet d'obtenir une résistance élevée plus rapidement avec un taux de laitier plus élevé. L'amélioration de la résistance peut être attribuée au fait que les particules non réactives à la température de cure standard peuvent entrer dans des réactions d'hydratation à des températures élevées [Yalçinkaya et Yazıcı, 2017]. Le traitement en autoclave permet le remplissage des pores avec de la tobermorite [Camiletti *et al.*, 2013].

Tableau 1.2 : Propriétés mécaniques à 28 jours de BUHP, en comparaison avec un BO et un BHP.

Bétons	E/L	E _{dyn} (GPa)	R _C (MPa)	R _F (MPa)	Référence
BO	0,49	42	46	-	[Djerbi, 2007]
BHP	0,38	46	83	-	
ERPC_4	0,16	69,4	175	22,3	[Mounanga <i>et al.</i> , 2012]
UHPFRCC	0,17	47,7	162,1	-	[Toledo Filho <i>et al.</i> , 2012]

Le **Tableau 1.3** synthétise des valeurs de résistances mesurées à l'âge de 28 jours en fonction du taux de LHF. Le comportement mécanique présente une sensibilité importante à certains paramètres tels que le rapport E/L, le dosage en fibres et les conditions de cure. Une attention particulière étant portée à l'effet du laitier, nous précisons ici le taux de substitution du ciment par cette addition.

Tableau 1.3 : Résistances moyennes à 28 jours en fonction du taux de LHF et la cure utilisée.

Référence	Cure	% fibres	E/L	% laitier	Résistance mécanique (MPa)		
					Compression	Flexion	Fendage
[Yazıcı <i>et al.</i> , 2008]	Autoclave (210 °C/2 MPa)	-	0,15	0	262	-	-
				20	254	-	-
				40	244	-	-
				60	202	-	-
[Abdulkareem <i>et al.</i> , 2018 (b)]	Endogène (20 °C)	0	0,14	0	139,5	15	8,8
				30	141,6	17	8,5
				50	124,3	13,8	7,7
				80	108,4	12	8,2
[Yalçinkaya <i>et Yazıcı</i> , 2017]	Eau (20 °C/97 % HR)	2	0,2	0	148	21,6	-
				50	157	22,4	-
	Autoclave			0	200	18	-
				50	172	19,7	-
[Reddy <i>et Ramadoss</i> , 2020]	Eau	0	0,25	0	123	28,7	13,7
				30	119,3	27,8	13,3
[Ganech <i>et Murthy</i> , 2019]	Eau	2	0,17	0	116	-	19,5
				20	121	-	20,4
				40	118	-	19,2
				60	110	-	17,7
				80	101	-	14,9
				0	151	-	22,2
	150 °C			20	160	-	23,3
				40	168	-	24,5
				60	152	-	22,8
				80	143	-	20

Dans l'étude réalisée par Ahmed *et al.* [Ahmed *et al.*, 2021], la possibilité d'incorporer un volume élevé de laitier de haut fourneau granulé moulu dans le BUHP avec du ciment Portland à très faible teneur en C_3A (1,1 %) comme liant primaire a été explorée. Les avantages de l'utilisation d'un ciment à très faible teneur en C_3A dans le BUHP, par rapport à un ciment à teneur modérée en C_3A (9,3 %), en termes de résistance et de maniabilité ont également été étudiés. Les résultats des essais mécaniques sont présentés sur les **Figures 1.8-1.11**. Les résultats obtenus sur des mélanges de BUHP incorporant du laitier suggèrent que le remplacement de 60 % du ciment à très faible teneur en C_3A par du laitier réduit la résistance à la compression à 28 jours du BUHP de 16,1 % par rapport à la résistance du BUHP de référence. Néanmoins, une résistance très élevée (> 150 MPa) peut encore être obtenue jusqu'à un remplacement de 45 % du ciment par du laitier, sans qu'il soit nécessaire de recourir à une cure ou à des fibres. La résistance à la traction par fendage de tous les mélanges de BUHP est supérieure à 8 MPa (sans incorporation de fibres). La résistance à la traction par fendage des BUHP incorporant de laitier est généralement inférieure à celle la formule de référence (S0). La résistance à la flexion des BUHP à base de laitier est également inférieure à celle de mélange sans laitier. Comme le montre la **Figure 1.11**, le module d'élasticité des bétons contenant du laitier est généralement inférieur à celui de S0. Les modules d'élasticité de S15 (15 % de LHF), S30 (30 % de LHF), S45 (45 % de LHF) et S60 (60 % de LHF) sont respectivement inférieurs de 2,4 %, 7,6 %, 9,9 % et 11,5 % au module d'élasticité de S0.

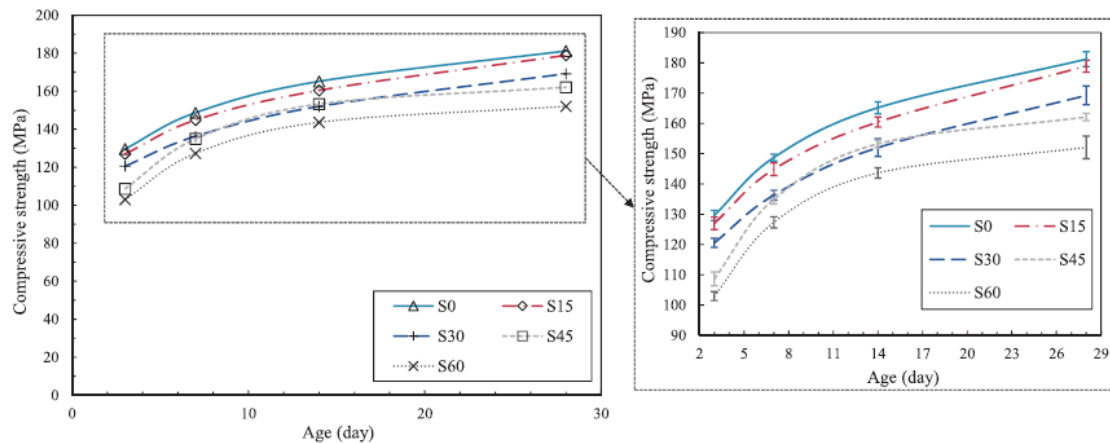


Figure 1.8 : Résistance à la compression des BUHP vs. % de LHF [Ahmed *et al.*, 2021].

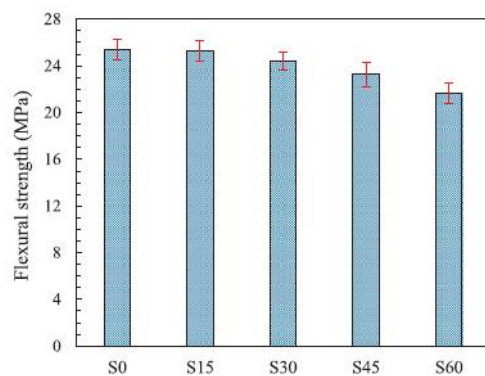


Figure 1.9 : Résistance à la flexion à 28 jours des BUHP vs. % de LHF [Ahmed *et al.*, 2021].

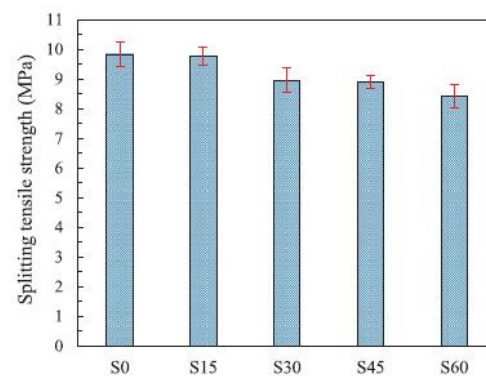


Figure 1.10 : Résistance à la traction par fendage à 28 jours des BUHP vs. % de LHF [Ahmed *et al.*, 2021].

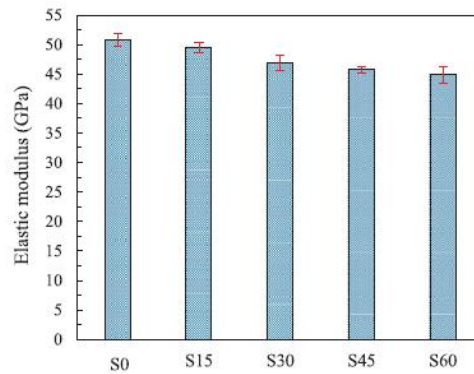


Figure 1.11 : Modules élastiques à 28 jours des BUHP vs. % de LHF [Ahmed et al., 2021].

Liu et al. [Liu et al., 2018] ont mesuré des valeurs de résistance à la compression, à 28 jours, inférieures à 150 MPa, la valeur minimale communément admise pour le BFUP (type Z). La raison principale est l'absence de fibres d'acier qui contribuent substantiellement à la résistance à la compression. D'après l'étude de Yalçinkaya et Çopuroğlu [Yalçinkaya et Çopuroğlu, 2021], l'ajout de fibres améliore le comportement mécanique du BUHP. Les résultats de leur campagne expérimentale sont illustrés sur les **Figures 1.12-1.13**. Dans le cas des BUHP sans fibres, l'incorporation de 60 % du LHF entraîne une forte réduction (50 %) de la résistance à la compression, tandis que le remplacement du ciment par 30 % du LHF provoque une perte de résistance de 12 % après 24 heures. Au bout de sept jours, les réactions pouzzolaniques ont eu lieu et une résistance à la compression de l'ordre de 83-88 MPa a été atteinte pour tous les mélanges. Les performances des mélanges contenant du laitier ont dépassé celles du mélange témoin à 28 jours. Lorsque le BUHP a été renforcé par des microfibres d'acier, une augmentation de la résistance à la compression a été enregistrée dès le plus jeune âge. La valeur de la résistance à la compression des mélanges renforcés par des fibres a atteint 120 MPa à sept jours. Les mélanges ont présenté des performances très similaires en terme de résistance à 28 jours. Dans le cas du BUHP sans fibre, l'incorporation de LHF provoque une légère diminution des résistances à la flexion au début de la période de cure. Cependant, à l'âge de 7 jours, les résistances à la flexion pour tous les mélanges sont très proches et presque identiques à celles de 28 jours. En présence de fibres, une amélioration remarquable de la résistance à la flexion est observée pour tous les mélanges.

En ce qui concerne l'effet de la finesse du laitier, Randl et al. [Randl et al., 2014] ont signalé que l'obtention d'une compacité optimale, en utilisant des matériaux plus fins tels que le laitier de haut fourneau granulé très fin, est encore plus critique pour les propriétés du BFUP que la réactivité hydraulique de ces matériaux. Les auteurs ont mesuré une résistance à la compression de 139,4 MPa pour un BFUP contenant 45 % de laitier fin (4790 cm²/g). La valeur de la résistance est de 163,5 MPa pour le béton à base de laitier très fin (5620 cm²/g). Il est important de noter que la taille des particules de laitier peut être un facteur déterminant pour la résistance à la compression du BUHP. Pyo et Kim [Pyo et Kim, 2017] ont comparé deux laitiers ayant des tailles de particules différentes. La taille médiane des particules du laitier ordinaire et du laitier fin est de 14 µm et 2,69 µm, respectivement. Ils ont rapporté que l'utilisation de laitier fin augmente la résistance à la compression de 7,4 % à 3 jours, alors que le laitier classique diminue la résistance à la compression avec le même dosage de laitier fin.

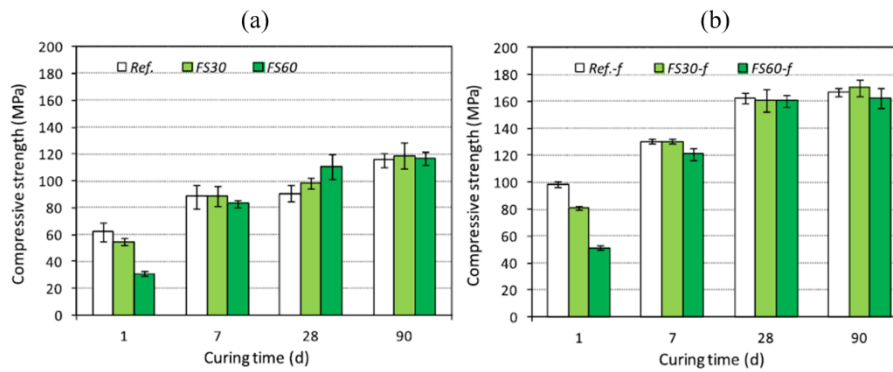


Figure 1.12 : Résistance à la compression de BUHP : (a) sans fibres, (b) avec fibres [Yalçinkaya et Çopuroğlu, 2021].

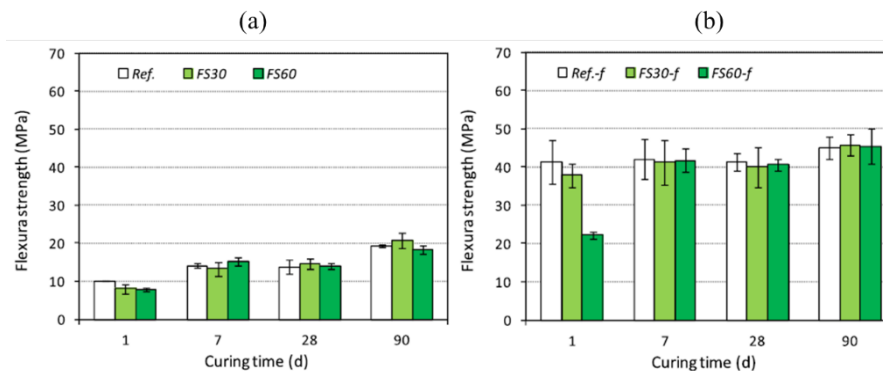


Figure 1.13 : Résistance à la flexion de BUHP : (a) sans fibres, (b) avec fibres [Yalçinkaya et Çopuroğlu, 2021].

1.5.3. Propriétés de durabilité

La durabilité d'un matériau cimentaire se définit principalement par une résistance adéquate aux contraintes appliquées ainsi que par sa résistance à la pénétration des agents agressifs physiques ou chimiques. Cette propriété dépend bien évidemment de l'environnement dans lequel le matériau est placé mais aussi de la qualité de sa microstructure.

Plusieurs chercheurs suggèrent que la résistance à la compression, l'indicateur traditionnel de la performance du béton, n'est pas suffisante pour évaluer la durabilité potentielle des matériaux cimentaires et pour sélectionner une formule permettant de répondre aux critères de durabilité [Bentur et Mitchell, 2008]. Le BUHP est plus durable que le béton ordinaire (BO) et le béton à hautes performances (BHP) en raison de l'utilisation d'un faible rapport eau/liant et d'une grande teneur en particules fines [Li et al., 2020 (b)]. Le BUHP est presque imperméable au dioxyde de carbone, aux chlorures et aux sulfates. Ainsi, sa durabilité très accrue lui confère une longue durée de vie et une maintenance réduite [Wang et al., 2015]. Il s'agit d'un matériau composite innovant qui peut servir de candidat potentiel pour les structures en béton exposées à des environnements agressifs.

Dans les sections suivantes, quelques caractéristiques de durabilité des BUHP sont énumérées.

1.5.3.1. La porosité

Les indicateurs de durabilité sont des paramètres qui permettent d'évaluer et de déterminer la durabilité du béton par des tests spécifiques. De nombreux travaux de recherche se sont focalisés sur les caractéristiques physiques des BUHP, notamment la porosité et la structure poreuse, qui régissent généralement le transfert de matière à travers le réseau poreux du système cimentaire. Cet indicateur est

un paramètre fondamental pour la durabilité des matériaux à base de ciment car la taille des pores et leur connectivité déterminent la résistance du matériau face à l'attaque d'un agent agressif.

Vincler *et al.* [Vincler *et al.*, 2019] ont réalisé des tests de porosité à l'eau sur un mélange disponible dans le commerce sous le nom de Ductal®. Le rapport eau/liant était d'environ 0,17. Les auteurs ont mesuré une porosité de 5,6 % après 6 jours et de 7 % après deux mois. Après 6 jours de durcissement et sans variation de masse pendant 24 h, les matériaux avaient une porosité à l'eau respectant la plage standard du BUHP (6-9 %) et du BFUP (1,5-5 %) [AFGC, 2013]. Mounanga *et al.* [Mounanga *et al.*, 2012] ont étudié la porosité accessible à l'eau mesurée sur des éprouvettes de BUHP âgées de plus de 90 jours. Les résultats sont présentés sur la **Figure 1.14**, et comparés aux données de la littérature sur les bétons ordinaires et à hautes performances [Djerbi, 2007]. Comme présenté, la porosité accessible à l'eau des BUHP est très faible par rapport aux autres types de béton. Les valeurs obtenues étaient proches de celles présentées dans des études précédentes : par exemple, Resplendino et Petitjean [Resplendino et Petitjean, 2003] ont rapporté des valeurs de porosité accessible à l'eau comprises entre 1,5 et 5 %. Les différences absolues enregistrées entre la porosité des cinq ERPC n'étaient pas suffisamment élevées pour conclure à un effet particulier de la teneur en SP ou en quartz concassé (en substitution partielle de FS) [Mounanga *et al.*, 2012].

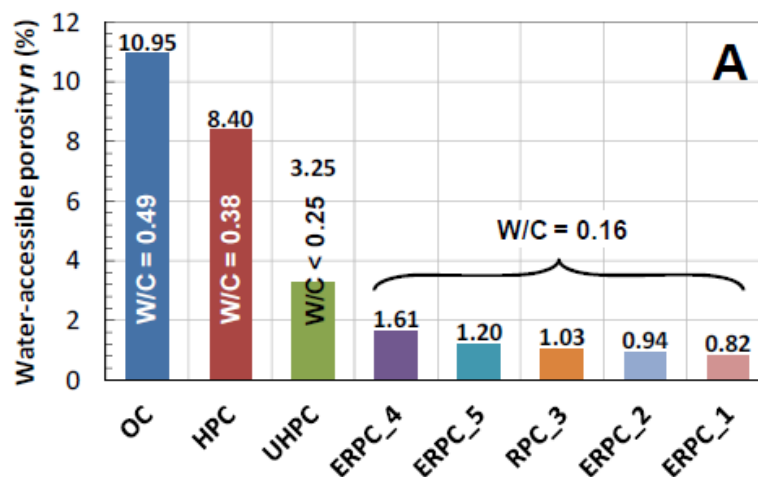


Figure 1.14 : Comparaison des porosités à l'eau entre le béton ordinaire (OC), le béton à hautes performances (HPC) et le béton à ultra-hautes performances (UHPC & ERPC) [Mounanga *et al.*, 2012].

En raison de la très faible porosité des BUHP, la mesure de leurs propriétés de transfert est une tâche délicate. Vincler *et al.* [Vincler *et al.*, 2019] ont signalé que le test de porosité à l'eau n'est pas adapté à ce type de béton à une porosité extrêmement faible. La procédure de porosité par intrusion de mercure (PIM) est plus efficace pour quantifier la distribution des pores de 1 nm à 100 nm [Diamond, 2000]. Richard et Cheyrezy [Richard et Cheyrezy, 1995] ont obtenu, en utilisant un test d'intrusion de mercure, une porosité de 7 % et un pic à 70 nm, pour un BPR non traité thermiquement avec un rapport E/L proche de 0,12. Récemment, Abdulkareem *et al.* [Abdulkareem *et al.*, 2021] ont mené une étude sur les BUHP à base de LHF. La porosité au mercure de quatre formulations, sans activation avec un rapport E/L de 0,14, a été mesurée. La **Figure 1.15** montre les courbes de distribution de la taille des pores pour les divers BUHP étudiés à 3 et 90 jours. Les porosités totales mesurées sont résumées dans le **Tableau 1.4**.

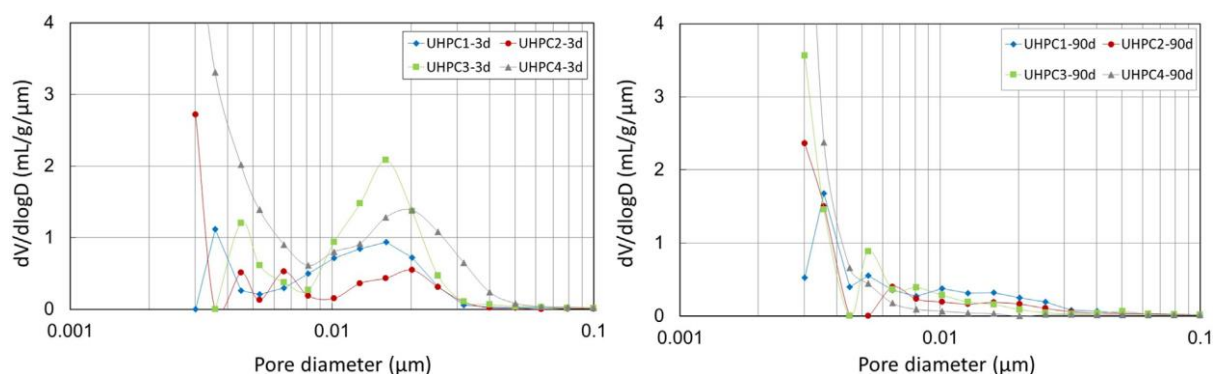


Figure 1.15 : Distribution poreuse des mélanges BUHP à 3 jours (à gauche) et à 90 jours (à droite) [Abdulkareem et al., 2021].

Tableau 1.4 : Porosité totale des échantillons de BUHP [Abdulkareem et al., 2021].

Mélanges	Teneur en LHF (%)	E/L	Porosité totale (%)	
			3 jours (± 0,7)	90 jours (± 0,5)
UHPC1	0	0,14	5,45	4,81
UHPC2	30		4,47	3,85
UHPC3	50		10,51	2,51
UHPC4	80		12,57	4,04

Les auteurs ont mentionné que pour la substitution de 30 % du ciment par du laitier (UHPC2), les pics observés (0,0045 μm, 0,0065 μm, et 0,0202 μm) indiquent le rôle physique du LHF dans le raffinement de la microstructure du BUHP, résultant en une légère diminution de la porosité, par rapport à la formule de référence (UHPC1), malgré la réaction lente du LHF. À 3 jours, le diamètre des pores devient important, surtout en présence d'une teneur élevée en laitier. Pour 50 % de laitier (UHPC3), des diamètres de 0,0045 μm et 0,01608 μm ont été mesurés, tandis que pour le mélange UHPC4, un diamètre de pore moyen de 0,0202 μm a été observé. En raison de la réaction latente de LHF au jeune âge, les vides et les pores capillaires ne sont pas remplis efficacement par la quantité limitée de produits d'hydratation. À 90 jours, il a été constaté que la progression de la réaction d'hydratation et la production d'hydrates remplissent les pores et diminuent la porosité du BUHP [Abdulkareem et al., 2021]. Les résultats de la porosimétrie par intrusion de mercure réalisée par Jiang et al. [Jiang et al., 2020] ont démontré que l'incorporation de laitier superfine a raffiné la structure des pores des pâtes de ciment composées. En outre, la nano-silice a joué un rôle important dans l'amélioration de la résistance mécanique, la promotion de l'hydratation et la modification de la structure des pores du ciment à faible teneur en clinker mélangé avec du laitier superfine.

En ce qui concerne l'effet de fibres sur la porosité, Abbas et al., [Abbas et al., 2015] ont démontré que l'ajout de fibres d'acier perturbe la continuité des pores capillaires et réduit le volume des vides perméables. Ceci a été confirmé par l'analyse de la porosimétrie par intrusion de mercure (Figure 1.16). Par exemple, le mélange de BUHP incorporant 3 % de fibres d'acier de 8 mm a présenté une réduction de 17 % de la porosité totale par rapport à celle du mélange de BUHP témoin (sans ajout de fibres). Le volume des pores capillaires plus faible dans le BUHP renforcé par des fibres peut réduire la dépression capillaire et la pénétration de substances agressives, ce qui améliore les propriétés de durabilité.

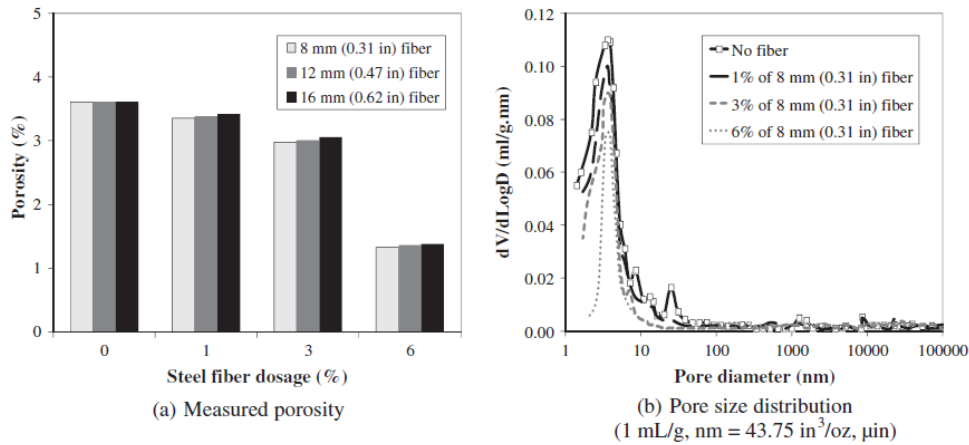


Figure 1.16 : Porosité mesurée pour des mélanges de BUHP incorporant différentes longueurs et dosages de fibres [Abbas et al., 2015].

1.5.3.2. La carbonatation

La carbonatation du béton résulte de la pénétration du CO_2 dans le réseau poral et les fissures du composite. Elle se définit par la réaction chimique du dioxyde de carbone présent dans l'environnement avec des produits d'hydratation, comme l'hydroxyde de calcium $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et les silicates de calcium hydratés C-S-H, en présence d'une humidité suffisante [Li et al., 2020 (b)]. Cette réaction produit du carbonate de calcium (CaCO_3) et peut réduire l'alcalinité du matériau cimentaire en abaissant la valeur du pH du mélange à environ 9 (la diminution du pH ne permet plus de protéger les armatures par passivation des aciers). La carbonatation affecte la durabilité des structures en béton en favorisant la corrosion des armatures [Wang et al., 2015]. À une telle valeur de pH, la couche d'oxyde (film passif) protectrice entourant l'armature se décompose, entraînant la corrosion de l'acier et finalement la fissuration des structures en béton [Bertos et al., 2004]. Ce paramètre a donc un impact néfaste majeur sur toute structure en béton armé. Cet effet est toutefois variable en fonction des conditions environnementales de la construction et des propriétés du béton. La carbonatation ne peut se produire dans le matériau à base de ciment que dans des conditions favorables. Par exemple, si le béton est très sec, la vitesse de carbonatation sera ralentie en raison d'un manque d'eau pour dissoudre le CO_2 . Cependant, dans un béton saturé, une humidité trop importante peut servir de barrière à la pénétration du CO_2 et ralentir également la vitesse de carbonatation. Par conséquent, les conditions les plus favorables, avec une humidité et une concentration de CO_2 suffisantes, doivent être assurées pour les réactions de carbonatation [El-Turki et al., 2007].

Grâce à l'utilisation d'un rapport E/L très faible, à la présence d'une fraction élevée de particules très fines et réactives, et à la formation d'hydrates remplissant les pores, le BUHP présente une microstructure ultra dense, qui empêche le CO_2 de pénétrer dans le béton et de réagir avec la Portlandite. Par conséquent, ce type de béton à porosité réduite est doté d'une excellente résistance à la carbonatation [Wang et al., 2015]. Il a été démontré que la carbonatation se produit rarement dans le BUHP, quel que soit le régime de cure adopté (standard ou traitement thermique) [Long et al., 2005]. Une étude menée par Liu et al. [Liu et al., 2003] a montré que la profondeur moyenne de la carbonatation du BUHP sur 28 jours était inférieure à 0,3 mm. Des recherches ont indiqué que des échantillons de BUHP soumis à 56 et 90 jours de carbonatation n'ont montré aucune trace de carbonatation [Long et al., 2005 ; Sun et Lai, 2009].

En ce qui concerne l'effet de l'incorporation de laitier, il est bien connu que les matériaux cimentaires à base de laitier sont plus sensibles à la carbonatation. Ce phénomène est dû à la consommation de

Portlandite par la réaction pouzzolanique du laitier. Or, la réserve basique constituée par les cristaux de Portlandite est primordiale pour assurer et maintenir la passivation des armatures. Dans le but d'évaluer la durabilité et les performances techniques du béton contenant du laitier granulé de haut fourneau moulu, une étude a été réalisée par Lee et Lee [Lee et Lee, 2020] sur du béton incorporant différents dosages de laitier (0 à 70 % par incrément de 10 %). Un essai de carbonatation accéléré a été effectué après que les échantillons aient été fabriqués et soumis à un durcissement standard jusqu'à 28 jours d'hydratation. Les résultats de l'essai sont présentés sur la **Figure 1.17**.

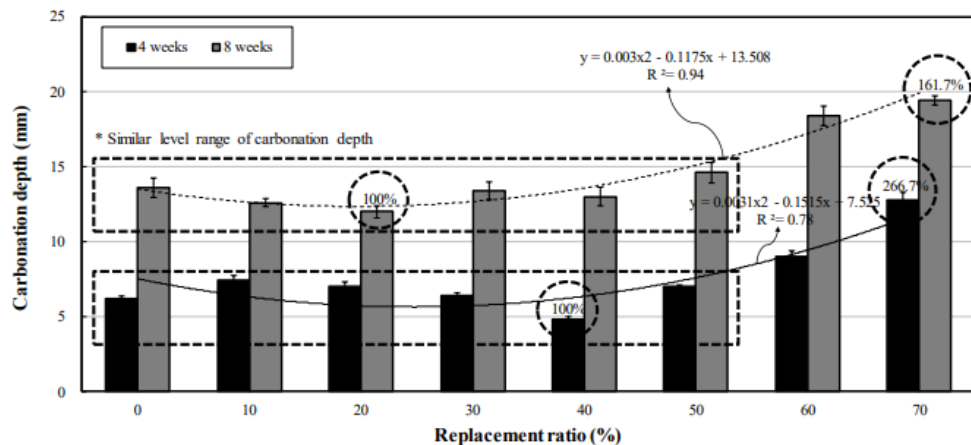


Figure 1.17 : Profondeur de carbonatation en fonction de la teneur en laitier [Lee et Lee, 2020].

Les résultats montrent que la profondeur de carbonatation est apparue dans des plages similaires jusqu'à ce que le taux de remplacement atteigne 50 %, mais qu'elle a augmenté de manière significative lorsque le taux de remplacement a dépassé 50 %. Ces observations suggèrent qu'il est souhaitable de fixer le taux de remplacement du laitier à 50 % ou moins pour limiter le risque de carbonatation dans les structures en béton. Il est connu depuis longtemps que le béton est affecté négativement par la carbonatation lorsque de grandes quantités de laitier sont utilisées.

Dans le cadre de sa thèse, Abdulkareem [Abdulkareem, 2017] a étudié la carbonatation des BUHP à base de laitier. Après 90 jours d'hydratation, trois échantillons cubiques (40 x 40 x 40 mm) sont soumis à une atmosphère contenant 1 et 50 % de CO₂ à 20 ± 2 °C et 65 ± 5 % d'HR pendant six mois et un an. Les profondeurs de carbonatation, pour une concentration élevée de CO₂ (50 %), pour tous les BUHP étudiés sont résumées dans le **Tableau 1.5**. Pour 1 % de CO₂, la profondeur de carbonatation est nulle. En se focalisant sur les profondeurs de carbonatation mesurées après un an, l'auteur a signalé que la substitution du ciment par du laitier rend la microstructure dense en affinant le réseau poreux. En effet, les particules fines de LHF remplissent les espaces entre les particules de ciment (rôle physique) et leur réaction à long terme génère des C-S-H denses. Ces derniers remplissent les pores capillaires et diminuent la porosité du BUHP. Cependant, cet effet bénéfique du LHF est contrebalancé par la diminution du pH, causée par la consommation de Portlandite par la réaction pouzzolanique. Par conséquent, la réaction de carbonatation est favorisée et la profondeur de carbonatation augmente.

En 2021, Ahmed *et al.* [Ahmed *et al.*, 2021] ont également examiné la résistance à la carbonatation des BUHP incorporant différents dosages de laitier. Aucun front de carbonatation périphérique visible n'a été détecté dans aucun des échantillons (**Figure 1.18**). Cela implique que, quelles que soient les conditions d'exposition, la profondeur de la carbonatation était inférieure à la limite de détection (< 0,5 mm) pour les mélanges contenant 0, 30 et 60 % de laitier. Ces observations sur les BUHP avec différentes teneurs en LHF sont en accord avec les résultats observés par Scheydt et Müller [Scheydt et Müller, 2012] dans leurs recherches sur les BUHP conventionnels sans laitier.

Tableau 1.5 : Profondeurs de carbonatation pour des BUHP non activés après 6 mois et 1 an d'exposition [Abdulkareem, 2017].

Mélanges	Teneur en LHF (%)	E/L	Profondeur de carbonatation (mm)	
			Après 6 mois	Après un an
UHPC1	0	0,14	2	0,81
UHPC2	30		1,86	1,37
UHPC3	50		1,76	2
UHPC4	80		1,21	1,34

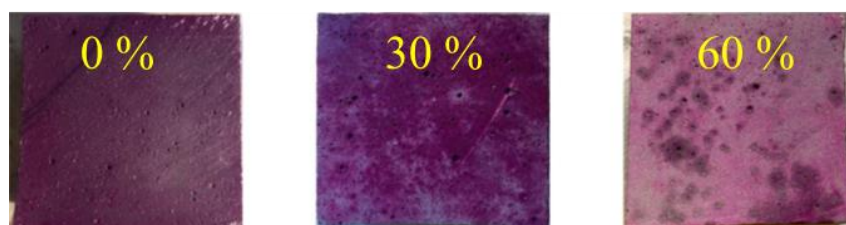


Figure 1.18 : Illustration des résistances à la carbonatation des échantillons [Ahmed et al., 2021].

1.5.3.3. Diffusion des ions chlore

La résistance à la pénétration des ions chlore est l'un des principaux indicateurs de la dégradation de la durabilité du béton. L'accès de ces agents agressifs à travers la porosité du matériau pourrait détruire la couche de passivation des armatures et par conséquent engendrer l'initiation du processus de corrosion, conduisant à la dégradation des structures en béton. La faible quantité de Portlandite dans le BUHP peut favoriser la corrosion des armatures en acier en raison de la détérioration de la couche de protection [Wang et al., 2015]. Il est fondamental d'examiner la diffusion des chlorures dans les BUHP, en particulier dans les environnements marins qui réduisent la durée de vie des structures en béton en raison de l'agressivité des ions chlorures et/ou de la neutralisation (pH neutre) de l'environnement à proximité des armatures [Li et al., 2020 (b)].

En raison de l'utilisation des ajouts minéraux, les BUHP sont dotés d'une porosité extrêmement faible. Cela peut améliorer la résistance à la pénétration des chlorures des BUHP [Hooton et Titherington, 2004]. Le coefficient de perméabilité et le coefficient de diffusion des ions chlore dans le BHP et le BUHP étaient beaucoup plus faibles que ceux du béton ordinaire [Jooss et Reinhardt, 2002]. An et al. [An et al., 2007] ont indiqué que les coefficients de diffusion des ions chlore du BUHP et du BHP étaient respectivement de $2,2 \times 10^{-13}$ et $15,4 \times 10^{-13}$ m²/s. Dobias et al. [Dobias et al., 2016] ont également rapporté que les coefficients de diffusion des ions chlore du BUHP étaient inférieurs à $1,4 \times 10^{-13}$ m²/s. Mounanga et al. [Mounanga et al., 2012] ont étudié les propriétés de transfert du BUHP. Les résultats du test de diffusion sont comparés à ceux d'un BO et d'un BHP (Figure 1.19). Le coefficient de diffusion des ions chlorure du BUHP varie de $0,2 \times 10^{-13}$ à $4,1 \times 10^{-13}$ m²/s, en fonction du rapport E/L, du régime de durcissement, de la concentration moyenne de la solution, du volume des fibres d'acier et de l'âge du test. En raison des différents environnements d'essai et des proportions de mélanges utilisés dans la littérature, il est difficile d'effectuer une comparaison quantitative de la perméabilité aux chlorures de ce type de béton [Li et al., 2020 (b)]. Le Tableau 1.6 résume les valeurs du coefficient de diffusion recueillies à partir de différentes publications.

La présence du laitier pourrait améliorer la résistance à la pénétration des ions chlore du BUHP. Il convient de noter que le coefficient de diffusion plus faible du béton à base de laitier est lié à sa perméabilité, c'est-à-dire à la structure des pores et à la fraction des pores capillaires. Le mélange du ciment Portland avec du laitier forme un liant, qui présente une microstructure plus dense en produisant des C-S-H secondaires, par rapport à une matrice de ciment Portland [Holthuisen, 2016 ; Van Noort et

al., 2016]. De plus, le laitier augmente significativement la capacité de fixation des chlorures, en particulier leur fixation chimique [Siddique, 2008]. Cette forte capacité de fixation est étroitement liée à la porosité remarquablement plus faible de la matrice à base de ciment et de laitier que celle de la pâte de ciment Portland [Müller, 2007].

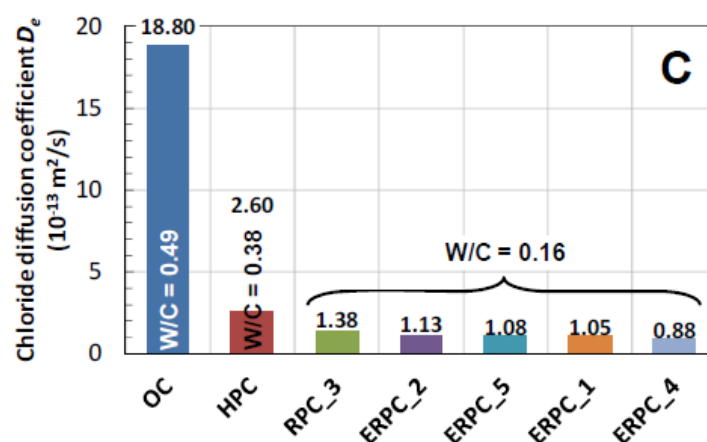


Figure 1.19 : Comparaison des coefficients de diffusion entre le béton ordinaire (OC), le béton à hautes performances (HPC) et le béton à ultra-hautes performances (UHPC & ERPC) [Mounanga et al., 2012].

Tableau 1.6 : Coefficient de diffusion des ions chlorure du BUHP.

Référence	E/L	Cure	% fibres	Solution	Diffusion		Coefficient $\times 10^{-13} \text{ (m}^2/\text{s)}$
					Période	Profondeur	
[Roux et al., 1996]	0,14	Pression de 60 MPa avant et pendant la prise / Eau (20 °C) pour 28 j	2	3 % NaCl	-	-	0,2
[Pierard et Cauberg, 2009]	0,18	20 °C / 95 % HR	0	16 % NaCl	2 mois	3-4 mm	4
[Liu et al., 2009]	0,15	Traitement 90 °C pour un jour puis eau chaude 90 °C jusqu'à température ambiante	2,6	10 % NaCl	-	-	4,1
[Pierard et al., 2012]	0,21	20 °C / 95% HR pour 90 j	2	16 % NaCl	3 mois	2-3 mm	2,3
[Thomas et al., 2012]	0,12	20 °C pour 2 j + 90 °C pour 2 j	2	Eau de mer	5 ans	6-10 mm	1,3
[Scheydt et Müller, 2012]	0,21	90 °C pour 3 j	2,5	3 % NaCl	16 mois	4-6 mm	2,3
[Tafraoui et al., 2016]	0,22	Eau (20 °C) pour 28 j	-	NaCl	-	-	0,17

Abdulkareem [Abdulkareem, 2017] a mesuré les coefficients de diffusion apparents des ions chlorure pour des mélanges de BUHP à base de laitier après 1 mois d'exposition aux chlorures, avec une différence de potentiel de 30V. L'auteur a signalé que l'utilisation de laitier réduit la porosité totale et l'interconnectivité des pores, tout en améliorant leur résistance aux ions chlorure. En 2019, Ganesh et Murthy [Ganesh et Murthy, 2019] ont étudié l'effet de l'incorporation de laitier sur la résistance à la

pénétration des ions chlore du BUHP. Les auteurs ont observé que l'augmentation de la teneur en laitier conduit à une réduction de la pénétration des chlorures. Les mélanges à base de laitier présentent une plus grande résistance à la pénétration des chlorures. La densification physique de la structure des pores du BUHP sous l'influence du laitier augmente la résistivité au chlorure. Le **Tableau 1.7** présente les résultats de l'essai de diffusion effectué sur des BUHP à base de laitier.

Tableau 1.7 : Résultats de l'essai de diffusion effectué sur des BUHP à base de laitier.

Référence	E/L	Teneur en LHF (%)	Coefficient $\times 10^{-13}$ (m ² /s)	Charge passée (coulombs)	Classe de perméabilité [ASTM C 1202]
[Abdulkareem, 2017]	0,14	0	1,46	-	-
		30	0,481	-	-
		50	0,564	-	-
		80	0,356	-	-
[Ganech et Murthy, 2019]	0,17	0	-	138,9	100-1000 Très faible
		20	-	100,5	100-1000 Très faible
		40	-	75	< 100 Négligeable
		60	-	75,9	< 100 Négligeable
		80	-	80,1	< 100 Négligeable

1.6. Conclusion

Dans ce premier chapitre, spécifiquement destiné à la description des BUHP, nous avons réalisé une étude bibliographique des travaux antérieurs consacrés à cette nouvelle génération de matériaux cimentaires. Dans un premier temps, nous avons présenté un aperçu général de ce type de béton. Puis nous nous sommes penchés sur les principes de formulation et sur la composition de ce type de composite. Dans la dernière partie de ce chapitre, nous avons détaillé les propriétés constructives du BUHP en se focalisant sur l'effet de laitier. A l'état frais, les BUHP sont généralement autoplacants et présentent un caractère thixotropique. A l'état durci, les BUHP sont dotés de propriétés mécaniques et de durabilité très intéressantes. Des études antérieures ont montré que l'incorporation de laitier entraîne une faible porosité, ce qui confère à ce matériau des performances mécaniques et des propriétés de transfert exceptionnelles à long terme. Il s'agit d'un matériau composite innovant qui peut servir de candidat potentiel pour les structures en béton exposées à des environnements agressifs.

D'après notre revue de la littérature, les propriétés au jeune âge des BUHP à base de laitier ont fait l'objet de peu d'études. Une étude approfondie sur ce thème (suivi d'hydratation, évolution de la microstructure et étude des déformations endogènes par des mesures de retrait) sera détaillée dans le deuxième chapitre.

Références

- [Abbas *et al.*, 2015] S. Abbas, A.M. Soliman, M.L. Nehdi, Exploring mechanical and durability properties of ultra-high performance concrete incorporating various steel fiber lengths and dosages, *Constr. Build. Mater.* 75 (2015) 429–441.
- [Abbas *et al.*, 2016] S. Abbas, M.L. Nehdi, M.A. Saleem, Ultra-high performance concrete: mechanical performance, durability, sustainability and implementation challenges, *Int. J. Concr. Struct. Mater.* 10 (3) (2016) 271–295.
- [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)] O.M. Abdulkareem, A.Ben Fraj, M. Bouasker, A. Khelidj, Mixture design and early age investigations of more sustainable UHPC, *Constr. Build. Mater.* 163 (2018) 235–246.
- [Abdulkareem *et al.*, 2018 (b)] O.M. Abdulkareem, A.Ben Fraj, M. Bouasker, A. Khelidj, Effect of chemical and thermal activation on the microstructural and mechanical properties of more sustainable UHPC, *Constr. Build. Mater.* 169 (2018) 567–577.
- [Abdulkareem *et al.*, 2021] O.M. Abdulkareem, A.Ben Fraj, M. Bouasker, L. Khouchaf, A. Khelidj, Microstructural investigation of slag-blended UHPC: The effects of slag content and chemical/thermal activation, *Constr. Build. Mater.* 292 (2021) 123455.
- [Abdulkareem, 2017] O.M. Abdulkareem, *Microstructure and Durability Properties of Environmentally Friendly Ultra-High Performance Concrete (UHPC)*, Doctoral Thesis, 2017.
- [ACI, 2011] ACI Committee 233, *Slag Cement in Concrete and Mortar*, American Concrete Institute (233R–03), American Concrete Institute, 2011.
- [AFGC, 2013] AFGC, *Bétons Fibrés à Ultra hautes Performances - Recommandations*, Association Française de Génie Civil, Jun-2013.
- [Ahmad *et al.*, 2015] S. Ahmad, A. Zubair, M. Maslehuddin, Effect of key mixture parameters on flow and mechanical properties of reactive powder concrete, *Constr. Build. Mater.* 99 (2015) 73–81.
- [Ahmad *et al.*, 2019] S. Ahmad, K. O. Mohaisen, S. K. Adekunle, S.U. Al-Dulaijan, M. Maslehuddin, Influence of admixing natural pozzolan as partial replacement of cement and microsilica in UHPC mixtures, *Constr. Build. Mater.* 198 (2019) 437–444.
- [Ahmed *et al.*, 2021] T. Ahmed, M. Elchalakani, A. Karrech, M.S. Mohamed Ali, L. Guo, Development of ECO-UHPC with very-low-C3A cement and ground granulated blast-furnace slag, *Constr. Build. Mater.* 284 (2021) 122787.
- [An *et al.*, 2007] M. An, X. Yang, J. Wang, N. Cui, Research on durability of RPC, *Architecture Technol.* 38 (5) (2007) 367–368.
- [Andrade *et Torres*, 2013] C. Andrade, J. Torres, Long term carbonation of UHPC, *RILEM-fib-AFGC Int. Symposium on Ultra-High Performance Fibre-Reinforced Concrete*, Marseille, France. 249–256, 2013.
- [Arora *et al.*, 2019] A. Arora, A. Almujaddidi, F. Kianmofrad, B. Mobasher, N. Neithalath, Material design of economical ultra-high performance concrete (UHPC) and evaluation of their properties, *Cem. Concr. Compos.* 104 (2019) 103346.
- [Bahedh *et Jaafar*, 2012] M.A. Bahedh, M.S. Jaafar, Ultra high-performance concrete utilizing fly ash as cement replacement under autoclaving technique. *Case Studies in Construction Materials.* 9 (2018) e00202.
- [Bellmann *et Stark*, 2009] F. Bellmann, J. Stark, Activation of blast furnace slag by a new method, *Cem. Concr. Res.* 39 (2009) 644–650.
- [Ben Haha *et al.*, 2011] M. Ben Haha, B. Lothenbach, G. Le Saout, F. Winnefeld, Influence of slag chemistry on the hydration of alkali-activated blast-furnace slag - Part I : Effect of MgO, *Cem. Concr. Res.* 41 (2011) 955–963.
- [Bentur *et Mitchell*, 2008] A. Bentur, D. Mitchell, Material performance lessons, *Cem. Concr. Res.* 38 (2008) 259–272.
- [Bertos *et al.*, 2004] M.F. Bertos, S.J.R. Simons, C.D. Hills, P.J. Carey, A review of accelerated carbonation technology in the treatment of cement-based materials and sequestration of CO₂, *J. Hazard. Mater.* 112 (3) (2004) 193–205.
- [Bonneau *et al.*, 1997] O. Bonneau, M. Lachemi, E. Dallaire, J. Dugat, P.-C. Aitcin, “Mechanical properties and durability of two industrial reactive powder concretes”. *ACI Mater. J.* 94, 1997.
- [Boukendakdji *et al.*, 2012] O. Boukendakdji, E.H. Kadri, S. Kenai, Effects of granulated blast furnace slag and superplasticizer type on the fresh properties and compressive strength of selfcompacting concrete, *Cem. Concr. Compos.* 34 (2012) 583–590.
- [Burroughs *et al.*, 2017] J.F. Burroughs, J. Shannon, T.S. Rushing, K. Yi, Q.B. Gutierrez, D.W. Harrelson, Potential of finely ground limestone powder to benefit ultra-high performance concrete mixtures, *Constr. Build. Mater.* 141 (2017) 335–342.
- [Caixia *et al.*, 2018] L. Caixia, S. Zhilin, Y. Liqi, Z. Guorong, Study on autogenous shrinkage characteristic and mechanism of ultra-high performance cementitious composite. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* 324, 012037, 2018.
- [Camiletti *et al.*, 2013] J. Camiletti, A. M. Soliman, and M. L. Nehdi, Effects of nano-and micro-limestone addition on early-age properties of ultrahigh-performance concrete, *Mater. Struct.*, 46 (6) (2013) 881–898.
- [Çelikten *et al.*, 2019] S. Çelikten, M. Saridemir, I.Ö. Deneme, Mechanical and microstructural properties of alkali-activated slag and slag + fly ash mortars exposed to high temperature, *Constr. Build. Mater.* 217 (2019) 50–61.
- [Chan *et Chu*, 2004] Y.W. Chan, S.H. Chu, Effect of silica fume on steel fiber bond characteristics in reactive powder concrete, *Cem. Concr. Res.* 34 (7) (2004) 1167–1172.
- [Cherkaoui, 2010] K. Cherkaoui, *Caractérisation de la microstructure et comportement à court et long terme d’un béton de poudre réactive*, Université d’Evry, France, Doctoral Thesis, 2010.

- [Corinaldesi et Moriconi, 2012] V. Corinaldesi, G. Moriconi, Mechanical and thermal evaluation of Ultra High Performance Fiber Reinforced Concretes for engineering applications. *Constr. Build. Mater.* 26 (2012) 289-294.
- [Courtial et al., 2013] M. Courtial, M.-N.D. Noifontaine, F. Dunstetter, M.S.-. Frehel, P. Mounanga, K. Cherkaoui, A. Khelidj. Effect of polycarboxylate and crushed quartz in UHPC: Microstructural investigation. *Constr. Build. Mater.* 44 (2013) 699-705.
- [Diamond, 2000] S. Diamond, Mercury porosimetry: an inappropriate method for the measurement of pore size distributions in cement-based materials, *Cem. Concr. Res.* 30 (10) (2000) 1517–1525.
- [Divet et le Roy, 2013] L. Divet, R. Le Roy, Étude de la durabilité vis-à-vis de la corrosion des armatures des bétons formulés avec des ciments à forte teneur en laitier de haut fourneau, *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, 2013, 280-281, pp 63-84.
- [Djerbi, 2007] A. Djerbi, Influence de l'endommagement mécanique sur la perméabilité au gaz et sur la diffusion des ions chlore des bétons, Thèse de doctorat, Université de Nantes, 2007 (France).
- [Dobias et al., 2016] D. Dobias, R. Pernicova, T. Mandlik, Water Transport Properties and Depth of Chloride Penetration in Ultra High Performance Concrete, *Key Eng. Mater.* 711 (2016) 137–142.
- [Du et al., 2021] J. Du, W. Meng, K. H. Khayat, Y. Bao, P. Guo, Z. Lyu, A. Abu-obeidah, H. Nassif, H. Wang, New development of ultra-high-performance concrete (UHPC), *Composites Part B* 224 (2021) 109220.
- [Duraman et Richardson, 2020] S. B. Duraman, Ian G. Richardson, Microstructure & properties of steel-reinforced concrete incorporating Portland cement and ground granulated blast furnace slag hydrated at 20 °C, *Cem. Concr. Res.* 137 (2020) 106193.
- [Eide et Hisdal, 2012] M.B. Eide, J.-M. Hisda, L, Ultra High Performance Fibre Reinforced Concrete (UHPFRC) – State of the art, 2012.
- [El-Turki et al., 2007] A. El-Turki, R.J. Ball, G.C. Allen, The influence of relative humidity on structural and chemical changes during carbonation of hydraulic lime, *Cem. Concr. Res.* 8 (37) (2007) 1233–1240.
- [Fehling et al., 2014] E. Fehling, M. Schmidt, J. Walraven, T. Leutbecher, S. Fröhlich, Ultra-high performance concrete UHPC: Fundamentals-Design-Examples, Wilhelm Ernst & Sohn, 10245 Berlin, Germany, 2014.
- [France Ciment, 2023] Décarbonation de l'industrie - Feuille de route de la filière ciment, 2023.
- [Ganesh et Murthy, 2019] P. Ganesh, A. Ramachandra Murthy, Tensile behaviour and durability aspects of sustainable ultra-high performance concrete incorporated with GGBS as cementitious material, *Constr. Build. Mater.* 197 (2019) 667–680.
- [Ghafari et al., 2016] E. Ghafari, S.A. Ghahari, H. Costa, E. Júlio, A. Portugal, L. Durães, Effect of supplementary cementitious materials on autogenous shrinkage of ultra-high performance concrete, *Constr. Build. Mater.* 127 (2016) 43–48.
- [Graybeal et Davis, 2008] B. Graybeal, M. Davis, Cylinder or cube: Strength testing of 80 to 200 MPa (116 to 29 ksi) ultra-highperformance-fiber-reinforced concrete. *ACI Mater. J.* 105 (2008) 603–609.
- [Graybeal, 2008] BA. Graybeal, Flexural behavior of an ultrahigh-performance concrete I-girder. *J Bridge Eng* 13 (6) (2008) 602–10.
- [Gupta, 2014] S. Gupta, Development of ultra-high performance concrete incorporating blend of slag and silica fume as cement replacement. *International Journal of Civil and Structural Engineering Research.* 2 (1) (2014) 35-51.
- [Gupta, 2016] S. Gupta, Effect of content and fineness of slag as high volume cement replacement on strength and durability of ultra-high performance mortar, *J. Build. Mater. Struct.* 3 (2016) 43–54.
- [Ha et al., 2022] N. S. Ha, S. S. Marundrury, T. M. Pham, E. Poumasiri, F. Shi, H. Hao, Effect of grounded blast furnace slag and rice husk ash on performance of ultra-high-performance concrete (UHPC) subjected to impact loading, *Constr. Build. Mater.* 329 (2022) 127213.
- [Habashi, 2011] M.S. Habashi, Ultra high performance and high early strength concrete. *Proceeding in the 36th Conference on Our World in Concrete & Structures Singapore*, 2011.
- [He et al., 2018] Z.-h. H, S.-g. D, D. Chen, Microstructure of ultra high performance concrete containing lithium slag, *Journal of Hazardous Materials* 353 (2018) 35–43.
- [Holthuisen, 2016] P. E. Holthuisen, Chloride ingress of carbonated blast furnace slag cement mortars, Section of Materials and Environment, Delft University of Technology, Netherlands, Master Thesis, 2016.
- [Hooton et Titherington, 2004] R.D. Hooton, M.P. Titherington, Chloride resistance of high-performance concretes accelerated curing, *Cem. Concr. Res.* 34 (2004) 1561–1567.
- [Jiang et al., 2020] W. Jiang, X. Li, Y. Lv, D. Jiang, Z. Liu, C. He, Mechanical and hydration properties of low clinker cement containing high volume superfine blast furnace slag and nano silica, *Constr. Build. Mater.* 238 (2020) 117683.
- [Jooss et Reinhardt, 2002] M. Jooss, H.W. Reinhardt, Permeability and diffusivity of concrete as function of temperature, *Cem. Concr. Res.* 32 (2002) 1497–1504.
- [Juenger et Siddique, 2015] M.C.G. Juenger, R. Siddique, Recent advances in understanding the role of supplementary cementitious materials in concrete, *Cem. Concr. Res.* 78 (2015) 71–80.
- [Kim et al., 2011] S.T. Kang, B.Y. Lee, J.K. Kim, et al., The effect of fibre distribution characteristics on the flexural strength of steel fibre-reinforced ultra high strength concrete, *Constr. Build. Mater.* 25 (5) (2011) 2450–2457.

- [Kim *et al.*, 2013] J.E. Kim, W.S. Park, S.H. Yun, et al., Development of high performance concrete containing admixture in nuclear power plants, *Appl. Mech. Mater.* 357–360 (2013) 1062–1065.
- [Lee *et al.*, 2020] J. Lee, T. Lee, Durability and Engineering Performance Evaluation of CaO Content and Ratio of Binary Blended Concrete Containing Ground Granulated Blast-Furnace Slag, *Appl. Sci.* 10 (2020) 2504.
- [Li *et al.*, 2010] Y. Li, J. Bao, Y. Guo, The relationship between autogenous shrinkage and pore structure of cement paste with mineral admixtures, *Constr. Build. Mater.* 24 (10) (2010) 1855–1860.
- [Li *et al.*, 2020 (a)] S. Li, S. Cheng, L. Mo, M. Deng, Effects of steel slag powder and expansive agent on the properties of ultra-high performance concrete (UHPC): Based on a case study, *Materials*, 13 (2020) 683.
- [Li *et al.*, 2020 (b)] J. Li, Z. Wu, C. Shi, Q. Yuan, Z. Zhang, Durability of ultra-high performance concrete – A review, *Constr. Build. Mater.* 255 (2020) 119296.
- [Lim *et al.*, 2019] J.L. Lim, S.N. Raman, M. Safiuddin, M.F.M. Zain, R. Hamid, Autogenous shrinkage, microstructure, and strength of ultra-high performance concrete incorporating carbon nanofibers, *Materials* 12 (2) (2019) 320.
- [Lin *et al.*, 2019] Y. Lin, J. Yan, Z. Wang, F. Fan, C. Zou, Effect of silica fumes on fluidity of UHPC: Experiments, influence mechanism and evaluation methods, *Constr. Build. Mater.* 210 (2019) 451–460.
- [Liu *et al.*, 2003] S.F. Liu, W. Sun, W. Lin, J.Z. Lai, Preparation and durability of a high performance concrete with natural ultra-fine particles, *J. Chin. Ceram. Soc.* 11 (2003) 1080–1085.
- [Liu *et al.*, 2009] J. Liu, S. Song, L. Wang, Durability and micro-structure of reactive powder concrete, *J. Wuhan Univ. Technol.-Mater. Sci. Ed.* 24 (3) (2009) 506–509.
- [Liu *et al.*, 2018] Z. Liu, S. El-Tawil, W. Hansen, F. Wang, Effect of slag cement on the properties of ultra-high performance concrete. *Constr. Build. Mater.* 190 (2018) 830–837.
- [Long *et al.*, 2005] G.C. Long, Y.J. Xie, P.M. Wang, Z.W. Jiang, Properties and micro/macrostructure of reactive powder concrete, *Journal of the Chinese Ceramic Society* 33 (4) (2005) 456–461.
- [Loukili *et al.*, 1999] A. Loukili, A. Khelidj, P. Richard, Hydration kinetics, change of relative humidity, and autogenous shrinkage of ultra-high-strength concrete, *Cem. Concr. Res.* 29 (1999) 577–584.
- [Mehdipour *et al.*, 2017] I. Mehdipour, K.H. Khayat, Effect of particle-size distribution and specific surface area of different binder systems on packing density and flow characteristics of cement paste, *Cem. Concr. Compos.* 78 (2017) 120–131.
- [Moradian *et al.*, 2019] M. Moradian, Q. Hu, M. Aboustait, B. Robertson, M.T. Ley, J.C. Hanan, X. Xiao, Direct in-situ observation of early age void evolution in sustainable cement paste containing fly ash or limestone. *Compos B Eng* 175 (2019) 107099.
- [Mounanga *et al.*, 2012] P. Mounanga, K. Cherkaoui, A. Khelidj, M. Courtial, M.-N. de Noirfontaine, F. Dunstetter, Extrudable reactive powder concretes hydration, shrinkage and transfer properties, *Eur. J. Environ. Civ. Eng.* 16 (2012) 99–114.
- [Müller, 2007] C. Müller, Ground granulated blast furnace slag (GGBS) as a concrete additive-current situation and scenarios for its use in Germany, Technical Report, The Federal Association of the German Ready-Mixed Concrete Industry (BTB), Institute for Building Materials-Research (FEhS), Association of German Cement Works (VDZ), 2007.
- [NF EN 12620, 2008] NF EN 12620 : Granulats pour béton. Afnor, 2008.
- [NF EN 13043, 2003] NF EN 13043 : Granulats pour mélanges hydrocarbonés et pour enduits superficiels utilisés dans la construction des chaussées, aéroports et d'autres zones de circulation. Afnor, 2003.
- [NF EN 13242, 2008] NF EN 13242 : Granulats pour matériaux traités aux liants hydrauliques et matériaux non traités utilisés pour les travaux de génie civil et pour la construction des chaussées. Afnor, 2008.
- [NF EN 15167-1, 2006] NF EN 15167-1 : Laitier granulé de haut-fourneau moulu pour utilisation dans le béton, mortier et coulis - Partie 1 : définitions, exigences et critères de conformité. Afnor, 2006.
- [NF EN 197-1, 2012] NF EN 197-1 : Ciment - Partie 1 : composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants. Afnor, 2012.
- [NF EN 206+A2, 2021] NF EN 206+A2 : Béton - Spécification, performances, production et conformité. Afnor, 2021.
- [NF P18-470, 2016] NF P18-470 : Bétons-Bétons fibrés à Ultra Hautes Performances-Spécification, performance, production et conformité. Afnor, 99 pages, 2016.
- [NF P18-545, 2021] NF P18-545 : Granulats - Élément de définition, conformité et codification. Afnor, 2021.
- [NF P98-107, 2009] NF P98-107 : Assises de chaussées - Activation du laitier vitrifié - Définitions, caractéristiques et spécifications. Afnor, 2009.
- [Palacios *et al.*, 2009] M. Palacios, Y.F. Houst, P. Bowen, F. Puertas, Adsorption of superplasticizer admixtures on alkali-activated slag pastes, *Cem. Concr. Res.* 39 (2009) 670– 677.
- [Parant, 2003] E. Parant, Mécanismes d'endommagement et comportements mécaniques d'un composite cimentaire fibré multi-échelles sous sollicitations sévères: fatigue, choc, corrosion, ENPC, France, Doctoral Thesis, 2003.

- [Park *et al.*, 2021] S. Park, S. Wu, Z. Liu, S. Pyo, The Role of Supplementary Cementitious Materials (SCMs) in Ultra High Performance Concrete (UHPC): A Review, *Materials* 14 (2021) 1406–1472.
- [Park *et al.*, 2022] J.-S. Park, S.-G. Hong, J. Moon, Controlling hydration and setting of UHPC incorporating waterglass at different times of addition, *Journal of Building Engineering* 50 (2022) 104198.
- [Pierard *et al.*, 2012] J. Piérard, B. Dooms, N. Cauberg, March. Evaluation of durability parameters of UHPC using accelerated lab tests. In *Proceedings of the 3rd International Symposium on UHPC and Nanotechnology for High Performance Construction Materials*, Kassel, Germany (2012) 371-376.
- [Pierard *et al.*, 2009] J. Pierard, N. Cauberg, O. Remy. Evaluation of durability and cracking tendency of ultra-high performance concrete. Creep, shrinkage and durability mechanics of concrete and concrete structures, (2009) 695-700.
- [Puertas *et al.*, 2005] F. Puertas, H. Santos, M. Palacios, and S. Martínez-Ramírez, Polycarboxylate superplasticiser admixtures: effect on hydration, microstructure and rheological behaviour in cement pastes. *Adv. Cem. Res.* 17 (2005) 77-89.
- [Pyo *et al.*, 2017] S. Pyo, H.-K. Kim, Fresh and hardened properties of ultra-high performance concrete incorporating coal bottom ash and slag powder, *Constr. Build. Mater.* 131 (2017) 459–466.
- [Qasim, 2018] O.A. Qasim, Experimental investigation on autogenous shrinkage of high and ultra-high strength concrete. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* 454, 012067, 2018.
- [Randl *et al.*, 2014] N. Randl, T. Steiner, S. Ofner, E. Baumgartner, T. Mészöly. Development of UHPC mixtures from an ecological point of view. *Constr. Build. Mater.* 67 (2014) 373-378.
- [Reda *et al.*, 1999] M.M. Reda, N.G. Shrive, J.E. Gillott, Microstructural investigation of innovative UHPC, *Cem. Concr. Res.* 29 (3) (1999) 323–329.
- [Reddy *et al.*, 2020] G.G.K. Reddy, P. Ramadoss, Influence of alccofine incorporation on the mechanical behavior of ultrahigh performance concrete (UHPC), *Materials Today: Proceedings* 33 (2020) 789–797.
- [Resplendino *et al.*, 2003] J. Resplendino, J. Petitjean, Ultra-high-performance concrete: First recommendations and examples of application, *Proceedings of the Third International Symposium on High Performance Concrete*, Orlando, FL, 19-22 October 2003, 18 p.
- [Richard *et al.*, 1995] P. Richard, M. Cheyrezy, Composition of reactive powder concretes, *Cem. Concr. Res.* 25 (7) (1995) 1501–1511.
- [Roux *et al.*, 1996] N. Roux, C. Andrade, M.A. Sanjuan, Experimental study of durability of reactive powder concretes, *J Mater Civil Eng.* 8 (1) (1996) 1–6.
- [Sakulich *et al.*, 2010] A.R. Sakulich, E. Anderson, C.L. Schauer *et al.*, Influence of Si: Al ratio on the microstructural and mechanical properties of a fine-limestone aggregate alkali-activated slag concrete. *Mater. Struct.* 43 (7) (2010) 1025–1035.
- [Scheydt *et al.*, 2012] J.C. Scheydt, H.S. Müller. Microstructure of ultra high performance concrete (UHPC) and its impact on durability. In *Proceedings of the 3rd International Symposium on UHPC and Nanotechnology for High Performance Construction Materials*, Kassel, Germany (2012) 349-356.
- [Schröfl *et al.*, 2012] C. Schröfl, M. Gruber, J. Plank, Preferential adsorption of polycarboxylate superplasticizers on cement and silica fume in ultra-high performance concrete (UHPC), *Cem. Concr. Res.* 42 (11) (2012) 1401–1408.
- [Shen *et al.*, 2018] P. Shen, L. Lu, Y. He, M. Rao, Z. Fu, F. Wang, S. Hu, Experimental investigation on the autogenous shrinkage of steam cured ultra-high performance concrete, *Constr. Build. Mater.* 162 (2018) 512–522.
- [Shi *et al.*, 2015] C. Shi, Z. Wu, J. Xiao, D. Wang, Z. Huang, Z. Fang, A review on ultra high performance concrete: part I. raw materials and mixture design, *Constr. Build. Mater.* 101 (2015) 741–751.
- [Siddique, 2008] R. Siddique, *Waste Materials and By-Products in Concrete*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2008.
- [Smolczyk, 1978] H.G. Smolczyk, The effect of chemistry of slag on the strength of blast furnace cements, *Zem-Kalk-Gips*, 31 (1978) 294-296.
- [Soliman *et al.*, 2017] N.A. Soliman, A. Tagnit-Hamou, Using Particle Packing and Statistical Approach to Optimize Eco-Efficient Ultra-High-Performance Concrete, *ACI Materials Journal* 114 (6) (2017).
- [Sorelli *et al.*, 2008] L. Sorelli, G. Constantinides, F.J. Ulm, *et al.*, The nano-mechanical signature of ultra high performance concrete by statistical nanoindentation techniques, *Cem. Concr. Res.* 38 (12) (2008) 1447–1456.
- [Strunge *et al.*, 2008] J. Strunge, T. Deuse, Special cements for ultra high performance concrete, in: *Proceedings of the Second International Symposium on Ultra High Performance Concrete*, Kassel, Germany, 2008, pp. 61–68.
- [Sun *et al.*, 2009] W. Sun, J.Z. Lai, Dynamic Mechanical Behaviour and Durability of Ultra-High Performance Cementitious Composite, *Key Eng. Mater.* 400–402 (2009) 3–15.
- [Taberlet, 2005] N. Taberlet, *Écoulements gravitaires de matériaux granulaires modèles*, Thèse de doctorat, Université de Rennes, 2005.
- [Taфраoui *et al.*, 2009] A. Taфраoui, G. Escadeillas, S. Lebaill, T. Vidal, Metakaolin in the formulation of UHPC, *Constr. Build. Mater.* 23 (2009) 669–674.
- [Taфраoui *et al.*, 2016] A. Taфраoui, G. Escadeillas, T. Vidal, Durability of the ultra-high performances concrete containing metakaolin, *Constr. Build. Mater.* 112 (2016) 980–987.

- [Tam *et al.*, 2012] C.M. Tam, V.W.Y. Tam, K.M. Ng, Assessing drying shrinkage and water permeability of reactive powder concrete produced in Hong Kong, *Constr. Build. Mater.* 26 (1) (2012) 79–89.
- [Tanzer *et al.*, 2015] R. Tañzer, A. Buchwald, D. Stephan, Effect of slag chemistry on the hydration of alkali-activated blast-furnace slag, *Mater. Struct.* 48 (2015) 629–641.
- [Thomas *et al.*, 2012] M. Thomas, B. Green, E. O’Neal, V. Perry, S. Hayman, A. Hossack. Marine performance of UHPC at Treat Island. In *Proceedings of the 3rd International Symposium on UHPC and Nanotechnology for High Performance Construction Materials*, Kassel, Germany, (2012) 365–370.
- [Ting *et al.*, 2019] L. Ting, W. Qiang, Z. Shiyu, Effects of ultra-fine ground granulated blast-furnace slag on initial setting time, fluidity and rheological properties of cement pastes, *Powder Technology*, 345 (2019) 54–63.
- [Toledo Filho *et al.*, 2012] R.D. Toledo Filho, E.A.B. Koenders, S. Formagini, E.M.R. Fairbairn, Performance assessment of Ultra-High Performance Fibre Reinforced Cementitious Composites in view of sustainability, *Mater. Des.* 36 (2012) 880–888.
- [Vagelis, 1999] G.P. Vagelis, Experimental investigation and theoretical modeling of silica fume activity in concrete, *Cem. Concr. Res.* 29 (1) (1999) 79–86.
- [Van Noort *et al.*, 2016] R. van Noort, M. Hunger, P. Spiesz, Long-term chloride migration coefficient in slag cement-based concrete and resistivity as an alternative test method. *Constr. Build. Mater.* 115 (2016) 746–759.
- [Vincler *et al.*, 2019] J. P. Vincler, T. Sanchez, V. Turgeon, D. Conciatori, L. Sorelli, A modified accelerated chloride migration tests for UHPC and UHPFRC with PVA and steel fibers, *Cem. Concr. Res.* 117 (2019) 38–44.
- [Wang *et al.*, 2015] D. Wang, C. Shi, Z. Wu, J. Xiao, Z. Huang, Z. Fang, A review on ultra high performance concrete: Part II. Hydration, microstructure and properties, *Constr. Build. Mater.* 96 (2015) 368–377.
- [Wang *et al.*, 2018] X. Wang, R. Yu, Z. Shui, Z. Zhao, Q. Song, B. Yang, D. Fan, Development of a novel cleaner construction product: Ultra-high performance concrete incorporating lead-zinc tailings, *J. Clean. Prod.* 196 (2018) 172–182.
- [Wei *et al.*, 1985] F. Wei, M.W. Grutzeck, D.M. Roy, The retarding effects of fly ash upon the hydration of cement pastes: the first 24 hours. *Cem. Concr. Res.* 15 (1) (1985) 174–84.
- [Wille *et al.*, 2011] K. Wille, D.J. Kim, A.E. Naaman, Strain hardening UHP-FRC with low fiber contents. *Mater Struct.* 44 (2011) 583–98.
- [Wille et Boisvert-Cotulio, 2015] K. Wille, C. Boisvert-Cotulio, Material efficiency in the design of ultra-high performance concrete. *Constr. Build. Mater.* 86 (2015) 33–43.
- [Wu *et al.*, 2019] Z. Wu, C. Shi, K.H. Khayat, Investigation of mechanical properties and shrinkage of ultra-high performance concrete: influence of steel fiber content and shape. *Compos B Eng.* 174(1) (2019) 107021.
- [Xi *et al.*, 2022] J. Xi, J. Liu, K. Yang, S. Zhang, F. Han, J. Sha, X. Zheng, Role of silica fume on hydration and strength development of ultra-high performance concrete, *Constr. Build. Mater.* 338 (2022) 127600.
- [Yalçinkaya et Çopuroğlu, 2021] Ç. Yalçinkaya, O. Çopuroğlu, Hydration heat, strength and microstructure characteristics of UHPC containing blast furnace slag, *Journal of Building Engineering* 34 (2021) 101915.
- [Yalçinkaya et Yazıcı, 2017] Ç. Yalçinkaya, H. Yazıcı, Effects of ambient temperature and relative humidity on early-age shrinkage of UHPC with high-volume mineral admixtures, *Constr. Build. Mater.* 144 (2017) 252–259.
- [Yang *et al.*, 2019 (a)] R. Yang, R. Yu, Z. Shui, X. Gao, X. Xiao, X. Zhang, Y. Wang, Y. He, Low carbon design of an Ultra-High Performance Concrete (UHPC) incorporating phosphorous slag. *J. Clean. Prod.* 240 (2019) 118157.
- [Yang, 2000] Y.H. Yang, Manufacturing reactive powder concrete using common New Zealand materials (Master of Engineering thesis), University of Auckland, 2000.
- [Yazici *et al.*, 2008] H. Yazici, H. Yiğiter, A.S. Karabulut, et al., Utilization of fly ash and ground granulated blast furnace slag as an alternative silica source in reactive powder concrete, *Fuel* 87 (2008) 2401–2407.
- [Yazici *et al.*, 2010] H. Yazici, M.Y. Yardimci, H. Yiğiter, S. Aydin, S. Türkel, Mechanical properties of reactive powder concrete containing high volumes of ground granulated blast furnace slag, *Cem. Concr. Compos.* 32 (8) (2010) 639–648.
- [Yoo et Banthia, 2016] D.-Y. Yoo, N. Banthia, Mechanical properties of ultra-high-performance fiberreinforced concrete: A review. *Cem. Concr. Compos.* 73 (2016) 267–280.
- [Yu *et al.*, 2015] R. Yu, P. Spiesz, H.J.H. Brouwers, Development of an eco-friendly Ultra-High Performance Concrete (UHPC) with efficient cement and mineral admixtures uses, *Cem. Concr. Compos.* 55 (2015) 383–394.
- [Zanni *et al.*, 1996] H. Zanni, M. Cheyrezy, V. Maret, S. Philippot, P. Nieto, Investigation of Hydration and Pozzolanic Reaction in Reactive Powder Concrete (RPC) Using ²⁹Si NMR, *Cem. Concr. Res.* 26 (1996) 93–100.
- [Zdeb, 2013] T. Zdeb, Ultra-high-performance concrete – properties and technology. *Bulletin of the Polish Academy of Sciences: Technical Sciences* 61, 183–193, 2013.
- [Zhang et Kong, 2015] Y. Zhang, X. Kong, Correlations of the dispersing capability of NSF and PCE types of superplasticizer and their impacts on cement hydration with the adsorption in fresh cement pastes, *Cem. Concr. Res.* 69 (2015) 1–9.

[Zhang et al., 2001] J. Zhang, V.C. Li, Influences of fibers on drying shrinkage of fiber-reinforced cementitious composite. *J Eng Mech.* 127 (1) (2001) 37–44.

[Zhou et al., 2022] Y. Zhou, S. Pu, F. Han, H. Zhang, Z. Zhang, Effect of ultrafine slag on hydration heat and rheology properties of Portland cement paste, *Powder Technology* 405 (2022) 117549.

[Zingg et al., 2009] A. Zingg, F. Winnefeld, L. Holzer, J. Pakusch, S. Becker, R. Figi, L. Gauckler, Interaction of polycarboxylate-based superplasticizers with cements containing different C3A amounts. *Cem. Concr. Compos.* 31 (2009) 153-162.

PREMIÈRE PARTIE : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre 2 :

DÉFORMATIONS ENDOGÈNES DES BUHP

Table des matières

PREMIÈRE PARTIE : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE	60
<i>Chapitre 2 : Déformations endogènes des BUHP</i>	63
2.1. Introduction	63
2.2. Processus d'hydratation	64
2.2.1. Hydratation du ciment Portland	64
2.2.2. Hydratation des mélanges à base de laitier	68
2.2.3. Hydratation du BUHP	71
2.3. Microstructure du BUHP	76
2.4. Déformations endogènes du BUHP au jeune âge	81
2.4.1. Retrait chimique	82
2.4.2. Retrait endogène	85
2.5. Conclusion	90
Références	92

Liste des figures

Figure 2.1 : Sources de déformations et conséquences.	64
Figure 2.2 : Triangle d'hydratation [Aitcin et al., 1998].	66
Figure 2.3 : Images en microscopie électronique à balayage de différentes espèces existantes dans le réseau poreux du ciment hydraté [Regourd et al., 1977 ; Stutzman, 2001 ; Merlini et al., 2008].	67
Figure 2.4 : Image au MEB de particules de laitier [Kosmatka et al., 2003].	69
Figure 2.5 : Flux de chaleur d'hydratation : (a) Pâte composite contenant du laitier ordinaire ; (b) Pâte composite contenant du laitier ultrafin [Zhou et al., 2022].	69
Figure 2.6 : Chaleur d'hydratation : (a) Pâte composite contenant du laitier ordinaire ; (b) Pâte composite contenant du laitier ultrafin [Zhou et al., 2022].	69
Figure 2.7 : Activité pouzzolanique des GBP et GBFS selon TS 25 [Binici et al., 2007].	70
Figure 2.8 : Résultats des tests de calorimétrie [Li et al., 2017].	72
Figure 2.9 : Courbes de microcalorimétrie isotherme des différents mélanges [Mounanga et al., 2012].	73
Figure 2.10 : Courbes de l'hydratation semi-adiabatique des mélanges de BUHP étudiés [Abdulkareem et al., 2018 (a)].	75
Figure 2.11 : Courbes de flux de chaleur (a) et de chaleur cumulée (b) des BUHP à 20 °C [Yalçinkaya et Çopuroğlu, 2021].	75
Figure 2.12 : Image MEB d'un BUHP durci [Wang et al., 2012].	77
Figure 2.13 : Image MEB de l'ITZ dans le BUHP [Wang et al., 2012].	78
Figure 2.14 : Image MET d'un BUHP contenant 30 % de laitier à 90 jours, montrant les produits hydratés (C-S-H) [Abdulkareem et al., 2021].	78
Figure 2.15 : Images MEB d'un BUHP contenant différents dosages du laitier (LS) à 3 jours d'hydratation [He et al., 2018].	79
Figure 2.16 : Diagrammes DRX des pâtes P-S0, P-S15 et P-S60 à 28 jours (A = alite, B = bélite, E = ettringite, P = Portlandite) [Ahmed et al., 2021].	79
Figure 2.17 : Courbes d'ATG des mélanges de BUHP durcis pendant 90 jours [Yalçinkaya et Çopuroğlu, 2021].	80
Figure 2.18 : Différence entre le retrait chimique et le retrait endogène d'une pâte de ciment [Bouasker, 2007].	81
Figure 2.19 : Représentation schématique du retrait endogène et chimique de la pâte de ciment (inspiré de [Gowripalan, 2020]).	82
Figure 20 : Retrait chimique des pâtes [Li et al., 2017].	83
Figure 2.21 : Évolution du retrait chimique de différents BUHP [Zenati et al., 2019].	83

Figure 2.22 : Retrait chimique des pâtes étudiées [Li et al., 2021].	84
Figure 2.23 : Effet de la fumée de silice (à gauche) et du E/L (à droite) sur le retrait chimique, enregistré à partir de 3 h après l'ajout d'eau [Sun et al., 2022].	84
Figure 2.24 : Résultats des tests de retrait [Bastien Masse, 2010].	86
Figure 2.25 : Retrait endogène linéique au jeune âge du BUHP [Mounanga et al., 2012].	87
Figure 2.26 : Effet du rapport E/L (à gauche) et effet du volume des fibres (à droite) sur le retrait endogène du BUHP [Caixia et al., 2018].	87
Figure 2.27 : Effet de la teneur en fumée de silice sur le développement du retrait endogène du BUHP [Shen et al., 2018].	88
Figure 2.28 : Retrait endogène de mélanges (a) BUHP de référence et (b) BUHP à base de 50 % de LHF à différentes températures [Yalçinkaya et Yazıcı, 2017].	89
Figure 2.29 : Retrait endogène des mélanges BFUP [Pyo et Kim, 2017].	90

Liste des tableaux

Tableau 2.1 : Caractéristiques des phases présentes dans un clinker Portland [Autier, 2013].	65
Tableau 2.2 : Notations condensées de la chimie des oxydes.	65
Tableau 2.3 : Ensemble des réactions d'hydratation de quatre phases de base du clinker Portland.	66
Tableau 2.4 : Produits d'hydratation des composés anhydres du CEM I.	66
Tableau 2.5 : Récapitulatif des pics de chaleur et des degrés d'hydratation.	72

Chapitre 2 : Déformations endogènes des BUHP

Ce deuxième chapitre, de la revue de littérature, concerne l'étude de l'évolution des déformations des BUHP en conditions endogènes. Dans un premier temps, nous nous intéressons au processus d'hydratation et à l'évolution de la microstructure des matrices cimentaires avec et sans ajout de laitier. Dans un deuxième temps, l'évolution des déformations endogènes des BUHP sera discutée, en mettant l'accent sur le comportement des matrices contenant du laitier vis-à-vis du retrait endogène.

2.1. Introduction

Il est bien connu que la prévision de la durabilité des ouvrages du génie civil est basée sur la bonne connaissance des propriétés des matériaux utilisés pour leur conception. Les BUHP sont des matériaux à matrice cimentaire contenant plusieurs constituants (ciment, additifs minéraux, eau, adjuvant, etc.) qui peuvent réagir entre eux. Lorsque les grains de ciment et l'eau entrent en contact, les différentes phases qui composent le ciment réagissent avec l'eau. Il s'ensuit alors une succession de réactions chimiques exothermiques ; c'est le phénomène d'hydratation du ciment. Le comportement de ce matériau multiphasique est largement lié à l'évolution des propriétés de sa matrice cimentaire. La prise et le durcissement de la matrice s'accompagnent d'un retrait qualifié d'endogène lorsque l'échantillon est protégé de toute dessiccation.

En raison de la présence d'une fraction élevée de particules super fines, d'un faible rapport eau/liant et de l'absence de granulats grossiers dans le BUHP, le risque d'un retrait prononcé ne peut être exclu [Shen *et al.*, 2018]. En général, un retrait aussi important entraîne une tension résiduelle qui peut provoquer la formation de fissures et compromettre davantage la durabilité du béton [Lura *et al.*, 2009]. La fissuration précoce est potentiellement préjudiciable à la durabilité du matériau cimentaire car elle favorise le transport d'agents agressifs (par exemple, les ions chlorure) qui, par diffusion, pénètrent plus profondément dans le cœur de la matrice cimentaire. Des problèmes de dégradation de la structure et de corrosion des armatures peuvent alors survenir et nuire aux performances du béton à long terme [Wang *et al.*, 2015]. La fissuration précoce du béton constitue donc un problème d'actualité qui nécessite une attention particulière dans la plupart des projets à grande échelle impliquant l'utilisation de béton, notamment de béton à faible rapport E/C [Bentur, 2000]. Par conséquent, afin de mieux cerner le comportement des BUHP, l'estimation du risque de fissuration précoce suppose une connaissance approfondie de l'évolution de la déformation des matrices cimentaires au jeune âge.

L'objectif de ce chapitre est d'étudier le comportement du BUHP, particulièrement sensible au risque de fissuration au jeune âge, vis-à-vis du retrait endogène. Au moins deux aspects comportementaux du matériau au jeune et au très jeune âge peuvent être mis en avant pour expliquer la naissance et le développement de cette fissuration : d'une part, le dégagement de chaleur dû à l'exothermie de l'hydratation du ciment et d'autre part, l'auto-dessiccation du matériau, générant un retrait endogène (**Figure 2.1**). Dans ce chapitre, nous rappelons d'abord les mécanismes moteurs à l'origine de ces déformations, à savoir le processus d'hydratation des matrices cimentaires en soulignant l'effet de l'incorporation de laitier. Ensuite, une étude bibliographique sur l'évolution de la microstructure et le retrait endogène des BUHP à base de laitier sera présentée.

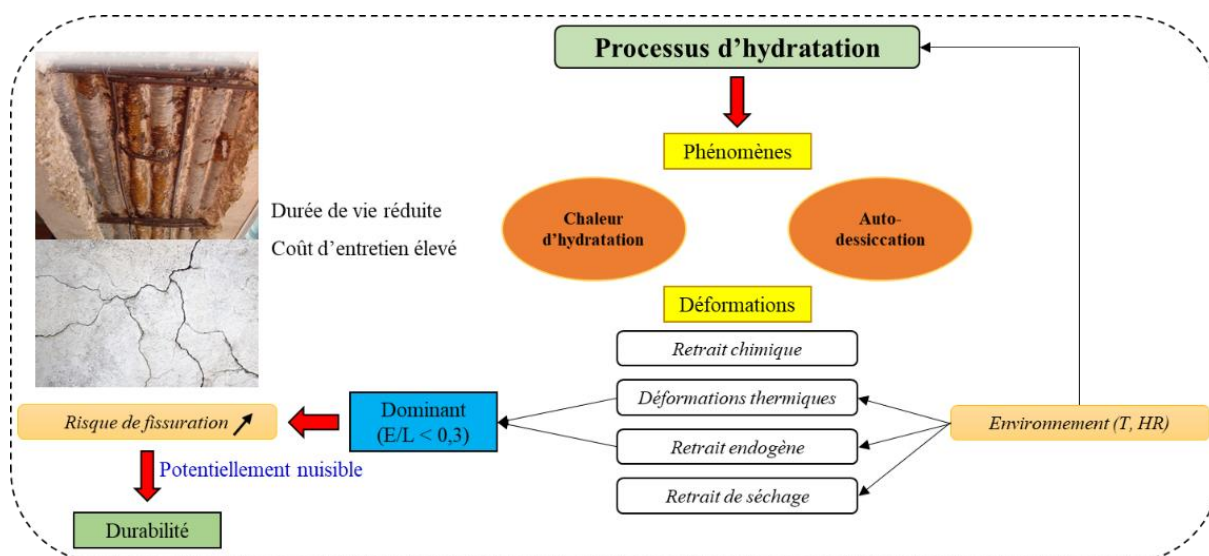


Figure 2.1 : Sources de déformations et conséquences.

2.2. Processus d'hydratation

Le suivi de l'hydratation des BUHP est l'un des principaux objectifs de notre travail de recherche. Dans cette partie, nous allons passer en revue le processus global d'hydratation des matrices cimentaires. L'étude de l'hydratation des BUHP à base de laitier est un enjeu important pour une bonne évaluation de leur durabilité. Une analyse bibliographique de ce thème sera alors exposée.

2.2.1. Hydratation du ciment Portland

Le ciment est un liant hydraulique, c'est-à-dire qu'il suffit de lui ajouter de l'eau pour former une pâte qui, une fois durcie, se comporte comme un solide aux propriétés de cohésion et de résistance adaptées à son utilisation comme colle pour les matériaux qui composent le béton.

Le ciment Portland est composé du clinker, obtenu par calcination, à une haute température (1450 °C) dans un four, d'un mélange de calcaire et d'argile extraits de carrières, auquel sont ajoutés environ 3 à 5 % de sulfate de calcium, généralement sous forme de gypse qui agit comme régulateur de prise. Il intervient comme stabilisateur de l'hydratation du ciment en empêchant les réactions chimiques précoces du C₃A. Les quatre principaux constituants du ciment, très solubles, issus de la réaction des oxydes, et leurs proportions massiques moyennes sont présentés dans le **Tableau 2.1**. Ces différentes phases du clinker représentent plus de 90 % du ciment Portland.

Les réactions d'hydratation sont des réactions chimiques, exothermiques et thermoactivées, qui se déroulent au sein d'une matrice cimentaire, dès le premier contact entre l'eau et le ciment et qui se poursuivent dans le temps. Elles sont très complexes du fait que le ciment Portland n'est pas un produit bien défini, c'est un matériau polyphasique, poreux, et évolutif dans le temps. L'hydratation du ciment Portland met en jeu une multitude de phénomènes physiques et chimiques entre les composants du ciment et le milieu de dispersion liquide (l'eau de gâchage). Ce processus physico-chimique est à l'origine de la prise et du durcissement de la matrice cimentaire. Les déformations libres en conditions endogènes des matrices cimentaires ont une origine commune : l'hydratation du ciment Portland.

Pour des raisons de simplification des formules chimiques des oxydes, on adopte les notations utilisées par les cimentiers pour désigner les noms de la plupart des composants du ciment, comme indiqué dans le **Tableau 2.2**.

Tableau 2.1 : Caractéristiques des phases présentes dans un clinker Portland [Autier, 2013].

Constituant	Notation cimentaire	Formule brute	% masse	Morphologie
Silicate tricalcique (alite)	C ₃ S	Ca ₃ SiO ₅	60-65	Cristaux polygonaux A
Silicate bicalcique (bélite)	C ₂ S	Ca ₂ SiO ₄	10-20	Cristaux arrondis B
Aluminate tricalcique (célite 2)	C ₃ A	Ca ₃ Al ₂ O ₆	8-12	Microcristaux de C ₃ A enchevêtrés avec C ₄ AF dans la phase interstitielle C
Aluminate ferrite tétracalcique (célite 1)	C ₄ AF	Ca ₄ (Al,Fe) ₂ O ₁₀	8-10	

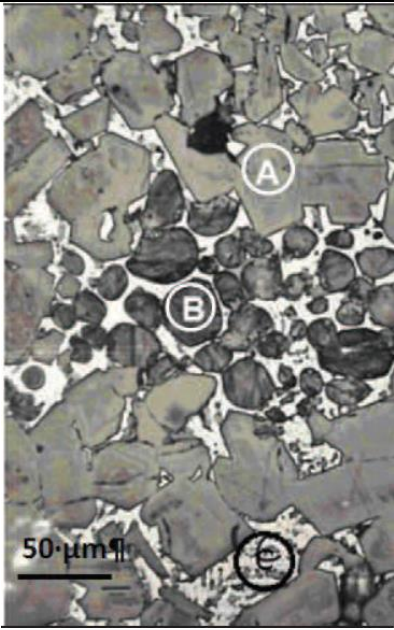


Tableau 2.2 : Notations condensées de la chimie des oxydes.

Composant	Notation	Composant	Notation
CaO	C	SiO ₂	S
Al ₂ O ₃	A	Fe ₂ O ₃	F
MgO	M	K ₂ O	K
SO ₃	$\bar{S}$	Na ₂ O	N
H ₂ O	H	TiO ₂	T
P ₂ O ₅	P	CO ₂	$\bar{C}$

Les réactions d'hydratation du ciment sont bien exothermiques, c'est-à-dire qu'elles s'accompagnent d'un dégagement de chaleur qui entraîne une augmentation de la température du matériau cimentaire, qui elle-même accélère les réactions chimiques d'hydratation ; ces réactions sont dites thermoactives. La quantité de chaleur dégagée par les réactions d'hydratation dépend de divers facteurs, notamment :

- La finesse du ciment : plus le ciment est broyé finement, plus la chaleur d'hydratation est importante.
- La nature des composants : les ciments contenant presque exclusivement du clinker dégagent plus de chaleur que les ciments comportant des éléments secondaires.
- La nature minéralogique du clinker : plus les proportions d'aluminate tricalcique (C₃A) et de silicate tricalcique (C₃S) sont importantes, plus la chaleur d'hydratation est élevée.
- La température extérieure.

L'hydratation se déroule à l'intérieur du triangle Résistance-Chaleur-Contraction volumique, comme il est décrit sur la **Figure 2.2** [Aitcin *et al.*, 1998]. C'est avec les conséquences de ce triangle que les chercheurs doivent raisonner pour bien assimiler les mécanismes de l'hydratation.

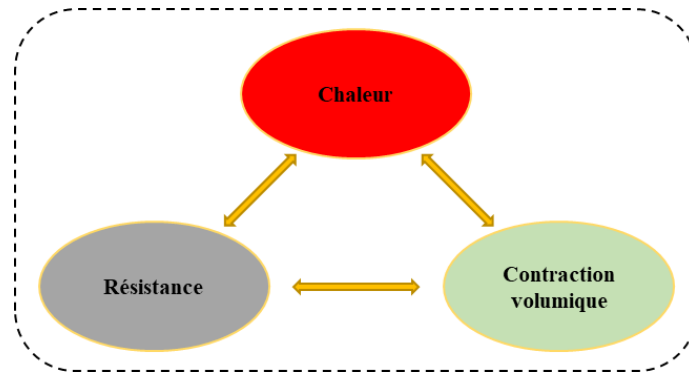


Figure 2.2 : Triangle d'hydratation [Aitcin et al., 1998].

L'hydratation d'un ciment Portland peut être décrite, dans une approche simplifiée, par l'hydratation des quatre phases de base (C_3S , C_2S , C_3A et C_4AF). Le **Tableau 2.3** résume un exemple des bilans de réaction qui sont couramment utilisés par les cimentiers [Autier, 2013 ; Merzouki et al., 2013 ; Lang et al., 2019].

Tableau 2.3 : Ensemble des réactions d'hydratation de quatre phases de base du clinker Portland.

$C_3S + 5.3 H \rightarrow C-S-H + 1.3 CH$		(1)
$C_2S + 4.3 H \rightarrow C-S-H + 0.3 CH$	(Au jeune âge)	(2)
$C_3A + 6 H \rightarrow C_3AH_6$		(3)
$C_3A + 3 C\bar{S}H + 26 H \rightarrow C_6A\bar{S}_3H_{32}$	(formation d'ettringite)	(4)
$2 C_3A + C_6A\bar{S}_3H_{32} + 4 H \rightarrow 3 C_4A\bar{S}H_{12}$	(formation de monosulfoaluminate)	(5)
$C_4AF + 10 H \rightarrow C_3(A,F)H_6 + CH + FH_3$		(6)
$C_4AF + 3 CSH_2 + 30 H \rightarrow C_6A\bar{S}_3H_{32} + CH + FH_3$	(formation d'ettringite)	(7)
$2 C_4AF + C_6A\bar{S}_3H_{32} + 12 H \rightarrow 3 C_4A\bar{S}H_{12} + 2 CH + 2 FH_3$	(formation de monosulfoaluminate)	(8)

Les différents constituants du clinker vont réagir en présence d'eau pour former divers hydrates à savoir : le silicate de calcium hydraté C-S-H, la Portlandite CH (ou $Ca(OH)_2$), le trisulfoaluminate de calcium également appelé ettringite AFt et le monosulfoaluminate AFm. Il est à souligner qu'en présence de fumée de silice, une ultrafine caractérisée par une forte réactivité pouzzolanique, attribuée à sa grande surface spécifique, la Portlandite produite par l'hydratation de C_3S et C_2S peut être consommée et forme, à partir de cette addition minérale, des C-S-H dont la structure est plus polymérisée et le rapport C/S proche de 1,1 [Zelić et al., 2000 ; Xi et al., 2022]. La fumée de silice agit donc favorablement sur la cinétique d'hydratation en formant des sites de nucléation pour les hydrates formés.

Une pâte de ciment Portland hydratée contient, en termes de proportions massiques, environ 15 à 25 % de Portlandite, 60 à 70 % de C-S-H et 5 à 15 % de phases aluminates. Les produits d'hydratation des différentes phases du ciment Portland sont résumés dans le **Tableau 2.4**.

Tableau 2.4 : Produits d'hydratation des composés anhydres du CEM I.

Anhydres	Hydrates
C_3S	$C-S-H$; CH
C_2S	
C_3A	C_3AH_6
	En présence de gypse (CEM I) :
	$C_6A\bar{S}_3H_{32}$ ou AFt $C_4A\bar{S}H_{12}$ ou AFm
C_4AF	$C_3(A,F)H_6$
	En présence de gypse (CEM I) :
	$C_6A\bar{S}_3H_{32}$; CH ; FH_3
	$C_4A\bar{S}H_{12}$; CH ; FH_3

La formation de ces hydrates entraîne l'enchevêtrement des multiples cristaux ainsi produits, constituant un système poreux. La **Figure 2.3** illustre des exemples de produits d'hydratation.

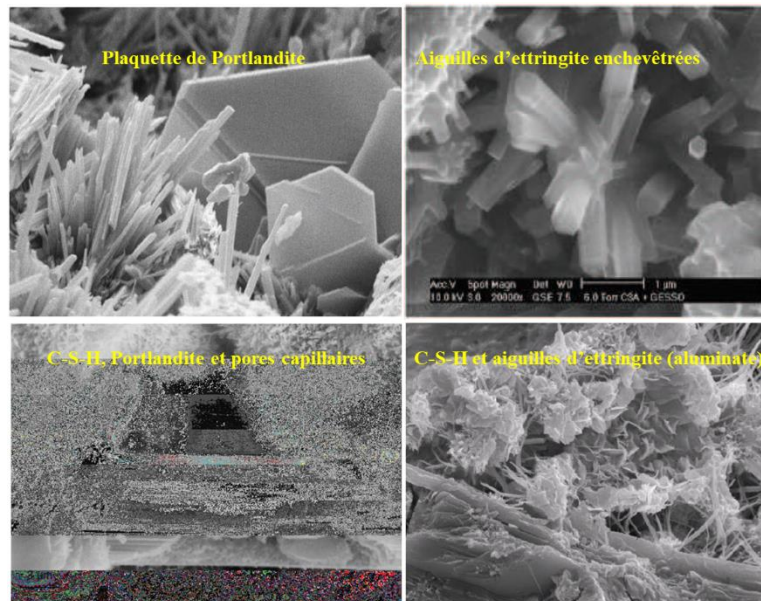


Figure 2.3 : Images en microscopie électronique à balayage de différentes espèces existantes dans le réseau poreux du ciment hydraté [Regourd et al., 1977 ; Stutzman, 2001 ; Merlini et al., 2008].

Les diamètres des pores s'étalent de l'échelle nanométrique à l'échelle centimétrique [Metha, 1986 ; Cherkaoui, 2010]. En général, ces pores sont classés en deux types :

- **Les pores capillaires :** ils désignent les espaces intergranulaires initialement remplis d'eau. Il s'agit de l'espace non comblé par les hydrates. Ils peuvent être répartis en mésopores (2,6-50 nm) et macropores (> 50 nm). Au début de l'hydratation, les pores capillaires forment un réseau connecté. Au fur et à mesure que l'hydratation progresse, la porosité capillaire est progressivement remplie par les hydrates formés. La connectivité est alors perdue sauf pour les matériaux ayant un rapport E/C élevé (supérieur à 0,6) où le réseau de pores capillaires reste continu. La porosité décroît avec l'avancement de l'hydratation et la diminution du rapport E/C. Le rapport E/C représente un facteur important qui influence la porosité capillaire : plus il est élevé, plus il y a d'espace entre les grains de ciment.

C'est au sein de la porosité capillaire que se produisent la plupart des phénomènes de dissolution ou de précipitation des phases solides, ou que s'effectuent les échanges d'espèces par diffusion avec le milieu extérieur [Guillon, 2004].

- **Les pores des hydrates ou pores du gel :** ces pores sont intrinsèques aux hydrates, essentiellement ceux de C-S-H car les autres hydrates sont très peu poreux. Ils se forment à l'intérieur des hydrates. Cette porosité est indépendante de la formulation de la matrice cimentaire. La porosité des hydrates est en proportion plus faible par rapport à la porosité capillaire et est très fine (nanopores ayant un rayon caractéristique d'environ 1,5 à 2 nm). Le volume de pores du gel représente 26-28 % du volume des C-S-H.

Le volume des pores contenus dans la matrice cimentaire est la somme du volume des pores du gel, du volume des pores capillaires, mais aussi celui des pores isolés ou des bulles d'air. Ce facteur agit fortement sur la durabilité en termes d'attaques d'agents agressifs. En effet, l'interconnexion des pores capillaires modifie la dimension des chemins de pénétration des agents agressifs, mais aussi les déformations (retrait et fluage) en dépendent.

2.2.2. Hydratation des mélanges à base de laitier

Seul le laitier granulé est utilisé en cimenterie comme ajout au ciment Portland. Ce produit a une structure vitreuse, ce qui lui confère la faculté de réagir. Sous la forme broyée et en présence d'eau, le laitier réagit chimiquement avec la chaux libérée pour former des composés ayant des valeurs liantes. Le laitier possède des propriétés hydrauliques et réagit avec l'eau pour produire du C-S-H [Regourd *et al.*, 1983, Yu *et al.*, 2015]. Il est chimiquement activé par l'hydroxyde de calcium ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) et le gypse du ciment, mais sa vitesse de réaction est lente. La réaction d'hydratation du laitier peut prendre quelques années par rapport au ciment seul, ce qui indique la différence du mécanisme d'hydratation entre le ciment Portland et le laitier. Après un an, environ 90-100 % du clinker s'est hydraté dans le liant alors que seulement 50-70% du laitier s'est hydraté dans le même temps [Chen, 2007 ; Sajedi et Abdul Razak, 2010 ; Merzouki *et al.*, 2013].

Les réactions d'hydratation du laitier sont des réactions de dissolution du verre par attaque hydroxylique (OH^-). Par contre, le processus d'hydratation du clinker se déroule suivant une attaque hydrolytique (H_2O). Les produits d'hydratation de laitier sont principalement identiques à ceux identifiés dans la pâte de ciment Portland hydratée, avec la présence supplémentaire de la phase d'hydrotalcite. Le C-S-H représente le principal produit d'hydratation. Ces hydrates sont marqués par un faible rapport C/S et sont riches en "A" remplaçant le "S". Le taux de substitution dépend également du rapport C/S de C-S-H et de la quantité de "A" disponible [Richardson et Groves, 1992].

Si le laitier est mélangé avec le ciment Portland, sa réaction avec les différentes phases du clinker rend le processus plus complexe. En fait, il y a deux réactions principales de l'hydratation du laitier de haut fourneau (LHF) dont, initialement, et à travers la première hydratation, la réaction dominante est avec l'hydroxyde alcalin, alors que les réactions suivantes sont dominantes avec l'hydroxyde de calcium. Plusieurs chercheurs s'accordent à dire que l'hydratation initiale du laitier est très lente, ce qui retarde le développement des résistances mécaniques [Park *et al.*, 2021]. La réaction pouzzolanique du laitier se produit lorsque le $\text{Ca}(\text{OH})_2$ produit par l'hydratation du ciment atteint une quantité suffisante et que l'alcalinité de la solution interstitielle de la pâte (pH dans la solution des pores > 13) pourrait attaquer les particules de laitier pour la réaction pouzzolanique [Han *et al.*, 2015]. C'est la réaction la plus simple, qui donne lieu à des C-S-H. La fixation de la chaux par la silice en présence d'eau procure ainsi au laitier des propriétés de liant pouzzolanique. Les propriétés hydrauliques du laitier sont latentes. Elles ne peuvent être mobilisées que dans un milieu fortement basique. Le LHF a donc besoin, pour faire prise dans un délai raisonnable, d'un additif appelé activant. Il existe trois modes d'activation qui permettent d'accélérer l'hydratation du laitier : l'activation chimique (alcaline, sulfatique, sulfato-calcique ou sodo-calcique), l'activation thermique (étuvage ou autoclavage) [Abdulkareem *et al.*, 2018 (b)] et l'activation mécanique (broyage plus poussé).

Dans ce travail de recherche, nous nous intéressons uniquement à l'activation mécanique. La taille des particules de LHF est généralement inférieure à 45 μm . Cet ajout est caractérisé par une forme angulaire, comme le montre la **Figure 2.4**, avec une texture de surface légèrement plus fine que le ciment. Sa surface spécifique est comprise entre 400 et 600 m^2/kg (Blaine). La densité relative du laitier est comprise entre 2,85 et 2,95 [Kosmatka *et al.*, 2003 ; Newman et Choo, 2003]. La réactivité du laitier dépend en grande partie de la distribution granulométrique, de la surface spécifique et de la morphologie de la surface [Al-Otaibi, 2002 ; Kim *et al.*, 2011]. Lorsque la finesse du liant est élevée, la surface de contact des grains du liant devient grande, ce qui permet une forte réactivité chimique du liant. Cela signifie que plus le laitier est fin, plus sa réactivité est élevée et, par conséquent, plus le temps de prise est court et plus la résistance des mélanges est élevée [Al-Otaibi, 2002 ; Chen, 2007 ; Aïtcin, 2008].

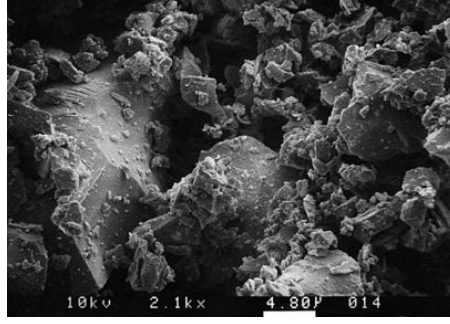


Figure 2.4 : Image au MEB de particules de laitier [Kosmatka et al., 2003].

La finesse du laitier joue un rôle important dans l'évolution de l'hydratation des matrices cimentaires. Zhou et al. [Zhou et al., 2022] ont étudié l'effet de l'augmentation de la finesse du laitier sur le processus d'hydratation des pâtes ($E/L = 0,5$). Deux laitiers de deux finesesses différentes (un laitier ordinaire d'une finesse de $442 \text{ m}^2/\text{kg}$ et un laitier ultrafin d'une finesse de $1260 \text{ m}^2/\text{kg}$) ont été utilisés. Les taux de remplacement du laitier ordinaire (S) ou du laitier ultrafin (FS) étaient de 0, 10, 20, 30 et 40 % en masse. Par rapport au laitier ordinaire, le laitier ultrafin a une surface spécifique plus importante, ce qui fournit un grand nombre de sites de nucléation pour les produits d'hydratation, le degré de réaction augmente et une grande quantité de produits d'hydratation est générée. Le flux de chaleur et la chaleur d'hydratation des pâtes composites contenant du laitier ordinaire ou du laitier ultrafin sont présentés respectivement sur la Figure 2.5 et la Figure 2.6.

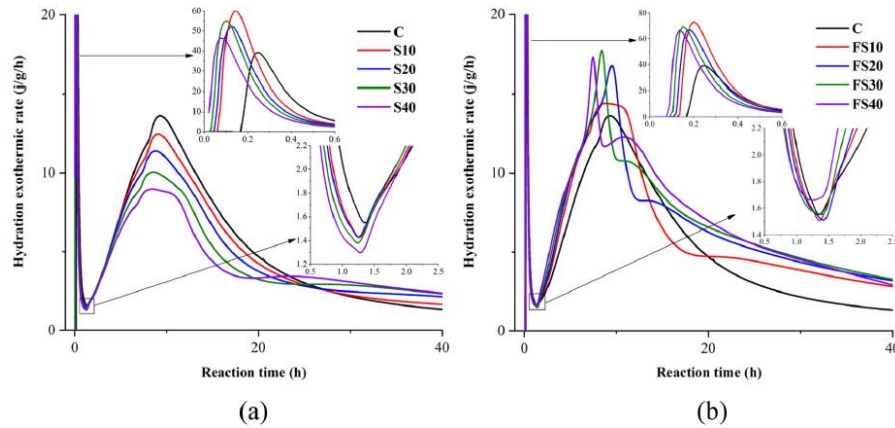


Figure 2.5 : Flux de chaleur d'hydratation : (a) Pâte composite contenant du laitier ordinaire ; (b) Pâte composite contenant du laitier ultrafin [Zhou et al., 2022].

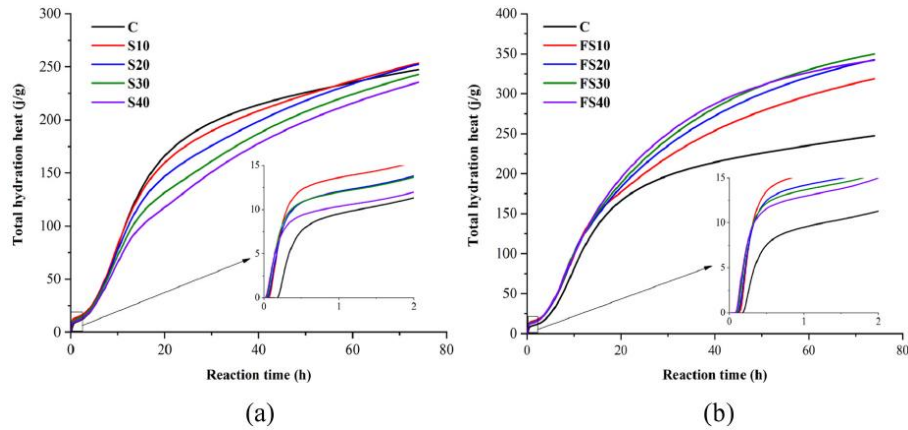


Figure 2.6 : Chaleur d'hydratation : (a) Pâte composite contenant du laitier ordinaire ; (b) Pâte composite contenant du laitier ultrafin [Zhou et al., 2022].

Les résultats montrent que l'ajout de laitier ordinaire réduit la valeur du second pic exothermique, tandis que le laitier ultrafin l'augmente. Une accélération de l'hydratation a été observée pour les deux types de laitier. Les auteurs [Zhou *et al.*, 2022] ont souligné que le laitier ultrafin a une activité plus élevée que le laitier ordinaire, qui commence à s'hydrater au stade précoce ; la valeur du pic est significativement plus élevée que celle du ciment Portland. Comme l'indique clairement la **Figure 2.5**, la pâte composite contenant du laitier ultrafin ou du laitier ordinaire présente un troisième pic exothermique. Ce troisième pic exothermique est lié à la teneur et à la taille des particules du laitier. Après la période d'accélération, la réaction du laitier est progressivement activée dans des conditions alcalines [Mikhailova *et al.*, 2019]. L'hydratation rapide du laitier conduit à l'apparition du troisième pic exothermique. L'activité du laitier ultrafin est plus élevée, et le troisième pic exothermique est plus évident.

La **Figure 2.6** présente la chaleur totale d'hydratation des différentes pâtes étudiées. La chaleur totale d'hydratation du ciment Portland est supérieure à celle de la pâte composite contenant du laitier ordinaire, mais la chaleur totale d'hydratation du ciment Portland croît progressivement et tend à se stabiliser. La chaleur d'hydratation totale de la pâte composite contenant du laitier ultrafin est toujours supérieure à celle du ciment Portland, et elle maintient une tendance de croissance plus importante. L'activité du laitier ultrafin est supérieure à celle du laitier ordinaire, ce qui fait que la réaction du laitier ultrafin contribue à la chaleur d'hydratation au jeune âge. La réaction continue du laitier ultrafin entraîne un taux d'augmentation plus élevé de la chaleur d'hydratation. Par conséquent, la chaleur d'hydratation totale des pâtes composites contenant du laitier ultrafin est beaucoup plus élevée que celle du ciment Portland [Zhou *et al.*, 2022].

Dans l'étude de Binici *et al.* [Binici *et al.*, 2007], l'effet de trois finesses de laitier (GGBFS) sur l'activité pouzzolanique a été exploré. Le travail traite également de l'activité pouzzolanique de la pierre ponce basaltique broyée (GBP) avec trois finesses différentes. L'objectif est d'étudier l'effet de l'incorporation de ces deux ajouts sur le comportement des pâtes de ciment avec un taux de substitution de 20 %. Les résultats sont donnés sur la **Figure 2.7**. Les auteurs ont démontré que l'augmentation de la finesse du laitier (GGBFS) entraîne une augmentation de l'activité pouzzolanique. Le laitier a une activité pouzzolanique bien supérieure à la valeur spécifiée dans la norme TS 25 [TS 25, 1975]. Les valeurs d'activité pouzzolanique, déterminées selon la norme TS 25, sont comprises entre 2,8 et 4,6 MPa pour la résistance à la flexion et entre 11 et 24 MPa pour la résistance à la compression. Les résistances à la compression du GGBFS sont de 19, 23,4 et 28,8 MPa pour des valeurs de Blaine de 250, 400 et 500 m²/kg, respectivement.

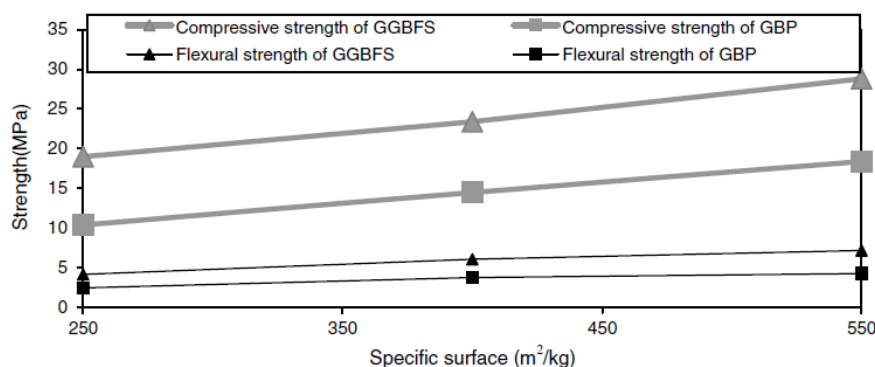


Figure 2.7 : Activité pouzzolanique des GBP et GGBFS selon TS 25 [Binici *et al.*, 2007].

La finesse du laitier joue un rôle fondamental dans la compacité d'un béton. Elle a donc un effet bénéfique sur le comportement à long terme des matériaux à base de ciment. Cette influence positive

sur la résistance mécanique et la durabilité du béton s'explique par deux phénomènes. Premièrement, l'ajout de particules très fines améliore la compacité de la matrice du béton et plus particulièrement la zone de transition pâte-granulat. Deuxièmement, ces particules accélèrent l'hydratation du ciment en servant de sites de nucléation pour les produits d'hydratation.

Bien que la réactivité du laitier soit considérablement améliorée par l'augmentation de la finesse, celle-ci doit être limitée dans la pratique pour des raisons techniques et économiques. En effet, un broyage supplémentaire augmente le coût de production. Il a également été établi que le laitier trop broyé nécessite des quantités accrues d'eau lors de la fabrication des mélanges à base de cette addition pour obtenir une même maniabilité [Zhou *et al.*, 2022], ce qui compromet les propriétés du béton.

2.2.3. Hydratation du BUHP

La compréhension du comportement à long terme (durabilité) des BUHP passe tout d'abord par l'étude de leur évolution physico-chimique dès le plus jeune âge. Il est alors nécessaire de rappeler les travaux réalisés sur les propriétés d'hydratation des BUHP, en mettant l'accent sur l'effet de l'incorporation de laitier.

L'hydratation des matériaux cimentaires dans le BUHP est similaire à celle du béton ordinaire dans des conditions de cure standard [Yalçinkaya et Çopuroğlu, 2021]. Le ciment Portland s'hydrate pour former du silicate de calcium hydraté (C-S-H) et du $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Ensuite, les ajouts minéraux tels que la FS et le LHF, couramment utilisés dans les BUHP, réagissent avec l'hydroxyde de calcium pour former du C-S-H secondaire [Wang *et al.*, 2015]. En raison de sa finesse extrêmement élevée, la FS réagit plus rapidement avec la Portlandite que le laitier [Liu *et al.*, 2018]. Par conséquent, le développement des phases dans les BUHP devrait être cinétiquement et quantitativement différent de celui des BO. De plus, on s'attend à ce que le flux de chaleur et la microstructure soient largement influencés par l'incorporation d'additions minérales [Korpa *et al.*, 2008].

Le dégagement de chaleur des matériaux cimentaires a été suivi par plusieurs chercheurs dès la fin du malaxage. Par exemple, Zanni *et al.* [Zanni *et al.*, 1996] ont mené une étude détaillée sur l'effet de la cure sur l'hydratation des BPR (cure dans l'eau à 20 °C, cure à température constante avec augmentation de la durée du traitement thermique, et enfin cure à durée constante en augmentant la température du traitement thermique). Dans le cadre de leurs travaux, deux BPR ont été considérés : l'un à base de fumée de silice, C1 (E/C = 0,115) et l'autre à base de FS et du quartz, C2 (E/C = 0,15). Pour chaque formulation, un échantillon a été gardé dans l'air sans subir aucun traitement thermique, afin de servir de référence. Les auteurs ont constaté que le traitement thermique accélère l'hydratation. Ceci explique le taux élevé d'hydrates formés à 250 °C (55 %). Les résultats de l'étude montrent clairement que l'activité pouzzolanique de la FS se manifeste dès le troisième jour de cure standard (dans l'eau) tout en restant faible. Cette activité évolue avec le temps de cure et le traitement thermique ; elle atteint son maximum (75 %) à 250 °C. Ceci conduit à un allongement des chaînes d'hydrates. De même, il a été montré que l'activité pouzzolanique du quartz progresse également tout en restant inférieure à celle de la FS. En effet, la valeur maximale observée, à 250 °C, est de 65 %.

Les BUHP sont marqués par une très faible hydratation par rapport aux bétons ordinaires qui peuvent atteindre un degré d'hydratation de 50 % en quelques jours. La réaction du ciment et la réaction pouzzolanique sont loin d'être complètes à cause du faible rapport E/L. Il convient de noter que l'hydratation est rapide pendant les deux premières semaines [Richard et Cheyrezy, 1995 ; Loukili, 1996 ; Morin *et al.*, 2002 ; Habel *et al.*, 2006]. Loukili *et al.* [Loukili *et al.*, 1999] ont réalisé des essais d'ATG pour suivre l'évolution du degré d'hydratation d'un BPR fibré contenant 24 % de FS avec un rapport E/C de 0,2. Les résultats des essais montrent que le degré d'hydratation obtenu varie de 42 % à 1 jour à

57,5 % à 28 jours. Cette valeur est équivalente à 377 kg/m³ de ciment anhydre. Pour ce même rapport E/C, Bonneau *et al.* [Bonneau *et al.*, 2000] ont relevé, par microcalorimétrie, un pic de chaleur de 2,2 mW/g de ciment à 20 h. Un an plus tard, Feylessoufi *et al.* [Feylessoufi *et al.*, 2001] ont suivi l'hydratation d'un BUHP (E/C de 0,16) par microcalorimétrie. Ils ont enregistré un pic d'hydratation de 1,5 mW/g de ciment à 30 h. Cette valeur correspond à un degré d'hydratation de 9 %. À 60 heures, les auteurs ont mesuré un degré d'hydratation de 21 %. Morin *et al.* [Morin *et al.*, 2002] ont également étudié, par des mesures isothermes, l'hydratation d'un BUHP avec un rapport E/C de 0,21. Un pic d'hydratation de 1,75 mW/g de ciment a été détecté à 45 heures. Cela correspond à un degré d'hydratation de 8 %. Après 70 heures d'hydratation, les auteurs ont mesuré un degré d'hydratation de 18 %.

Le **Tableau 2.5** résume certaines valeurs de pics de chaleur, leurs heures d'apparition ainsi que le degré d'hydratation enregistré à la fin de l'essai.

Tableau 2.5 : Récapitulatif des pics de chaleur et des degrés d'hydratation.

Référence	E/C	Pic de chaleur (mW/g de ciment)		Degré d'hydratation	
		Valeur	Mesuré à	α (%)	Mesuré à
[Loukili <i>et al.</i> , 1999]	0,2	-	-	57,5	28 jours
[Bonneau <i>et al.</i> , 2000]	0,2	2,2	20 h	26	96 h
[Feylessoufi <i>et al.</i> , 2001]	0,16	1,5	30 h	21	60 h
[Morin <i>et al.</i> , 2002]	0,21	1,75	45 h	18	70 h

Selon He *et al.* [He *et al.*, 2020], les fibres de polypropylène (PP) et les fibres alcool polyvinyliques (PVA) ont une forte absorption d'eau pendant le processus de malaxage en raison de leurs caractéristiques hydrophiles. Il en résulte une réduction de l'eau libre dans le mélange. Cette réduction d'eau affecte le processus d'hydratation du béton, le rendant incapable de s'hydrater complètement. La présence d'une quantité importante de particules anhydres et de pores pourrait impacter ainsi les propriétés des BFUP.

Le BFUP présente généralement une période dormante plus longue en raison de la forte teneur en superplastifiant (SP) [Habel *et al.*, 2006]. Li *et al.* [Li *et al.*, 2017] ont étudié l'effet du SP sur la cinétique d'hydratation des mélanges de BUHP. Quatre superplastifiants de type polycarboxylate éther (PCE) ayant des capacités de dispersion et de retardement différentes ont été utilisés. Pour examiner l'effet du SP sur la cinétique d'hydratation, un calorimètre isotherme est utilisé pour mesurer l'évolution de la chaleur des composites de BUHP, avec une température de consigne de 20 °C. les résultats du test sont présentés sur la **Figure 2.8**.

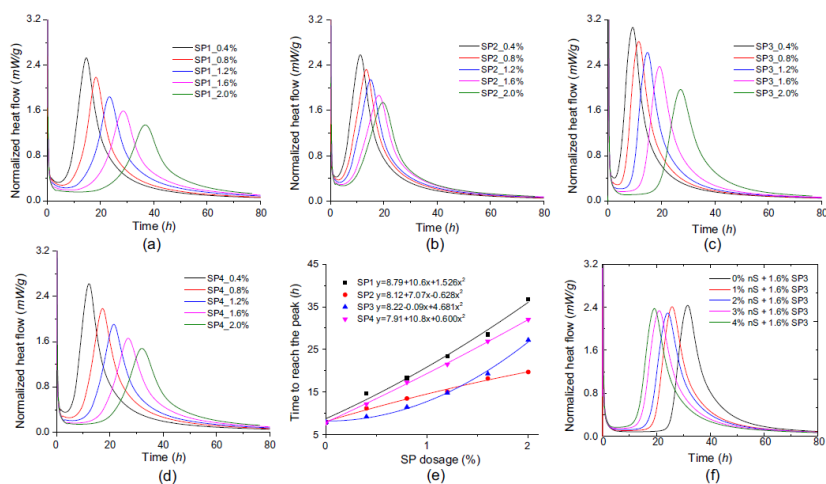


Figure 2.8 : Résultats des tests de calorimétrie [Li *et al.*, 2017].

Les résultats indiquent que les quatre SP ont des capacités d'adsorption différentes en raison de leurs structures chimiques différentes, et présentent donc des effets retardateurs différents sur l'hydratation. Il est clairement observé (**Figure 2.8 (e)**) qu'un dosage plus élevé de PCE retarde toujours plus l'hydratation, et l'effet de retard augmente continuellement même après que l'addition de PCE dépasse les dosages de saturation. Cela implique que non seulement le PCE adsorbé mais aussi le PCE restant dans la phase aqueuse contribue à retarder l'hydratation du ciment [Zhang et Kong, 2015]. La **Figure 2.8 (f)** montre le flux de chaleur des mélanges contenant différentes teneurs en nano-silice. Les courbes indiquent que le temps pour atteindre le pic diminue d'environ 20 h à 40 h avec l'augmentation de l'addition de nano-silice de 0 à 4 %. La nano-silice peut agir comme des sites de nucléation pour la précipitation des produits d'hydratation, accélérant ainsi les réactions d'hydratation du ciment [Quercia *et al.*, 2012]. Ainsi, il est possible d'ajouter une teneur appropriée de nanomatériaux pour atténuer le retard lorsqu'un dosage élevé de PCE est utilisé. Li *et al.* [Li *et al.*, 2017] ont rapporté que 3 % de nano-silice est la teneur optimale pour fournir un effet accélérateur sur le processus d'hydratation. La FS est l'ingrédient le plus fréquemment utilisé dans les BUHP en raison de ses propriétés particulières, qui peuvent améliorer efficacement la rhéologie et les performances mécaniques. Récemment, Xi *et al.* [Xi *et al.*, 2022] ont mené une étude expérimentale sur l'effet de la FS sur l'hydratation et le développement de la résistance du BUHP. Les résultats de leur test de calorimétrie isotherme ont montré que la FS accélère intensivement l'hydratation du ciment au jeune âge. Selon les auteurs l'état de surface de la FS, contrôlant la concentration des sites de nucléation (d'adsorption) fournis aux produits d'hydratation, est le facteur clé influençant l'hydratation précoce plutôt que la surface spécifique. En outre, l'amélioration de la résistance à la compression du BUHP après 3 jours est attribuée à la réaction pouzzolanique de la FS et à son effet d'accélération de l'hydratation du ciment par effet de nucléation. La contribution totale est inférieure à 20 %, et elle augmentera avec la diminution du rapport E/C. En 2012, Mounanga *et al.* [Mounanga *et al.*, 2012] ont étudié, par calorimétrie isotherme, l'influence de la substitution partielle de la FS par du quartz concassé et celle du dosage en superplastifiant sur l'évolution de l'hydratation de cinq mélanges de BUHP (**Figure 2.9**).

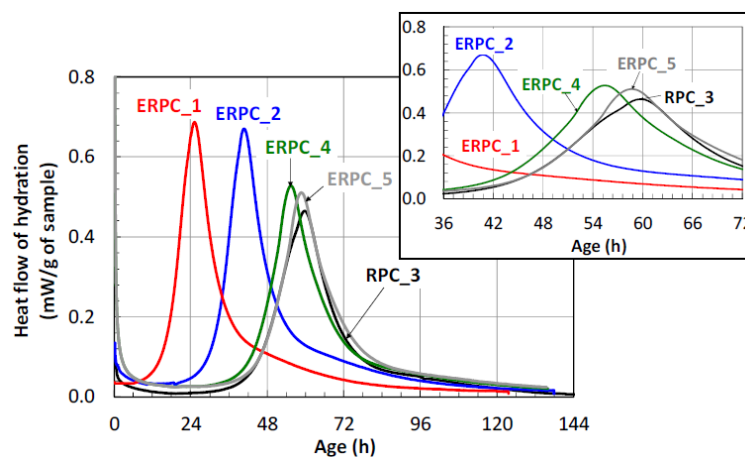


Figure 2.9 : Courbes de microcalorimétrie isotherme des différents mélanges [Mounanga *et al.*, 2012].

En analysant les résultats, les auteurs ont constaté que chaque courbe est caractérisée par une période dormante avec un très faible flux de chaleur, suivie d'un pic marquant une période d'activité chimique intense. Cette activité chimique précoce peut être principalement attribuée à l'hydratation du ciment Portland, car il a été démontré qu'à 20 °C, les réactions pouzzolaniques de la FS restent faibles pendant plusieurs jours [Loukili *et al.*, 1999], voire nulles pour le quartz concassé [Zanni *et al.*, 1996]. Le pic de flux de chaleur pourrait donc être associé à l'hydratation du C₃S, la phase majeure du ciment Portland. L'apparition de ce pic a été considérablement retardée par rapport à la cinétique d'hydratation du mortier

de ciment Portland ordinaire, où le pic d'hydratation se développe généralement dans les 12 premières heures d'hydratation [Mounanga *et al.*, 2011]. Les auteurs ont expliqué ce retard par le dosage élevé de SP dans l'ERPC, qui a induit une prolongation de la période dormante. Ce ralentissement a été particulièrement élevé pour le RPC_3 et a également entraîné une diminution significative de l'intensité du pic d'hydratation, comme le montre la **Figure 2.9**. Cet effet secondaire du SP sur l'hydratation du ciment est bien connu et s'explique par l'adsorption des polymères sur les grains de ciment, ainsi que par les réactions possibles des ions Ca^{2+} avec les anions des polymères [Mollah *et al.*, 2000], qui génèrent un retard global de l'hydratation. À travers leur étude, Mounanga *et al.* [Mounanga *et al.*, 2012] ont montré que la présence de quartz concassé permet de limiter partiellement l'effet retardateur du SP sur la cinétique d'hydratation. Cette influence positive du quartz concassé sur l'avancement des réactions peut être expliquée par l'effet des sites de nucléation sur le développement des hydrates. En effet, Cyr *et al.* [Cyr *et al.*, 2005] ont mis en évidence que la présence de particules très fines pouvait activer l'hydratation du ciment par nucléation hétérogène. Ce processus physique est lié à la nucléation des hydrates et provoque une accélération de l'hydratation et de la prise du ciment au jeune âge.

La réaction d'hydratation entraîne un dégagement de chaleur 3 fois plus important pour le BFUP que pour le béton conventionnel, en raison de l'utilisation d'une grande quantité de ciment. Plusieurs chercheurs ont prouvé que le LHF réduit la quantité de chaleur dégagée. Par conséquent, l'utilisation de laitier est susceptible de prévenir la génération de fissures induites par les déformations thermiques dans les matériaux à base de ciment. L'hydratation du laitier est un processus très complexe, qui mérite une attention particulière. Contrairement au béton ordinaire, le comportement du BUHP à base de LHF n'est pas suffisamment maîtrisé. L'un des inconvénients des LHF est qu'ils ralentissent l'hydratation, et donc réduisent considérablement le gain de la résistance au jeune âge, notamment pour des teneurs élevées en laitier [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)]. Son effet sur la résistance mécanique n'est donc perceptible qu'à long terme à cause de l'hydratation initiale très lente [Neville, 2000]. De plus, cette hydratation n'est que très rarement complète. Le LHF peut produire des C-S-H supplémentaires lors de l'hydratation tout en ralentissant le développement de la résistance lorsqu'il n'y a pas d'activateur dans la matrice [Kim *et al.*, 2016]. Cependant, la vitesse d'hydratation des mélanges contenant du laitier s'accélère généralement après cinq jours d'hydratation car la diffusion de Ca^{2+} et de OH^- peut être limitée à des âges plus précoces [Yu *et al.*, 2015].

L'hydratation semi-adiabatique de mélanges BUHP contenant trois dosages différents de LHF (30, 50 et 80 %) a été étudiée par Abdulkareem *et al.* [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)]. Les variations de la chaleur de réaction ainsi que le flux de chaleur de réaction mesurées pour ces mélanges sont présentées sur la **Figure 2.10**. Les auteurs ont observé que la chaleur maximale de réaction et la valeur du pic de flux de chaleur de la formule de référence (UHPC1) sont respectivement de 161 J/g de liant et de 6,43 mW/g de liant, et que le temps nécessaire pour atteindre la chaleur maximale de réaction est de 1572 min. Cette constatation met en évidence la grande différence entre un essai semi-adiabatique et un essai isotherme. Pour ce dernier, le flux de chaleur est faible par rapport au premier. Mounanga *et al.* [Mounanga *et al.*, 2012] ont testé un BUHP, ayant une composition similaire (ERPC4), dans des conditions isothermes et ont mesuré un flux de 0,52 mW/g. Ce pic de flux de chaleur apparaît après 3324 min. Les résultats des mesures réalisées par Abdulkareem *et al.* [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)] montrent également que le remplacement du ciment par du laitier conduit à une réduction de la chaleur de réaction libérée et de l'amplitude du pic de flux de chaleur. Le laitier dégage moins de chaleur que le ciment Portland [Ballim et Graham, 2009 ; Mounanga *et al.*, 2011 ; Merzouki *et al.*, 2013]. Ceci est lié à l'effet de dilution du laitier et à sa réaction lente due à sa faible réactivité.

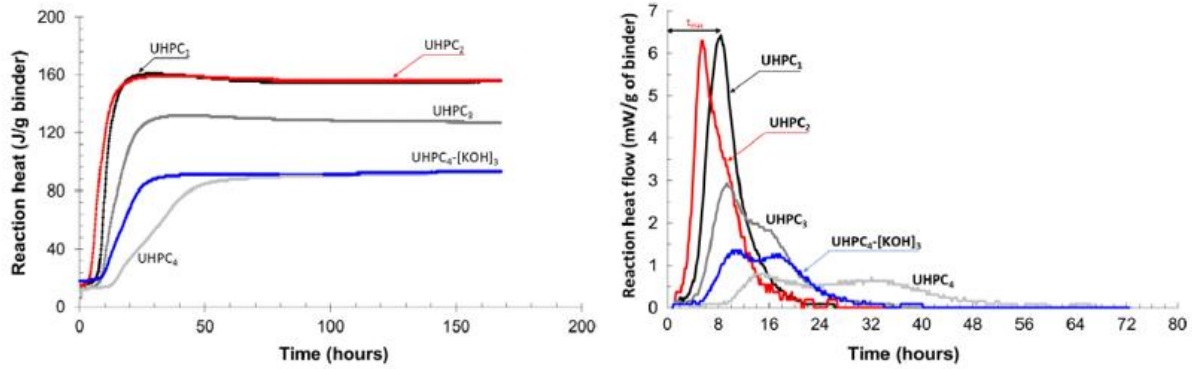


Figure 2.10 : Courbes de l'hydratation semi-adiabatique des mélanges de BUHP étudiés [Abdulkareem et al., 2018 (a)].

Selon Abdulkareem et al. [Abdulkareem et al., 2018 (a)], la substitution de 30 % du ciment par du laitier améliore la compacité, augmente la maniabilité, accélère le temps de prise et favorise l'hydratation du ciment, ce qui augmente la résistance à la compression du BUHP au jeune âge. En effet, l'effet de dilution lié à la réduction de la teneur en ciment se combine avec l'effet de nucléation hétérogène lié à la finesse des particules de LHF ; le premier rend plus d'eau disponible pour la réaction du ciment (plus d'étalement ou moins de dosage de superplastifiant pour la même ouvrabilité) et le second induit une accélération de la réaction d'hydratation du ciment et améliore les propriétés mécaniques du BUHP. L'influence de la faible teneur en LHF sur l'hydratation semble plutôt faible et le profil des caractéristiques d'hydratation de l'UHPC2 (30 % de laitier) montre un comportement proche de celui de l'UHPC1. Pour le remplacement du ciment par 50 % ou 80 % de LHF, l'effet de dilution est dominant, les particules de liant sont très dispersées et plus de temps est nécessaire pour que la réaction d'hydratation et l'initiation de la prise se produisent. La production de Portlandite est limitée, et la réaction du LHF est retardée.

Afin de clarifier l'effet du LHF sur l'hydratation des BUHP, le flux de chaleur et la chaleur d'hydratation ont été suivis par calorimétrie isotherme (TAM-Air) pendant 48 heures par Yalçinkaya et Çopuroğlu [Yalçinkaya et Çopuroğlu, 2021]. Les résultats du test sont présentés sur la **Figure 2.11**.

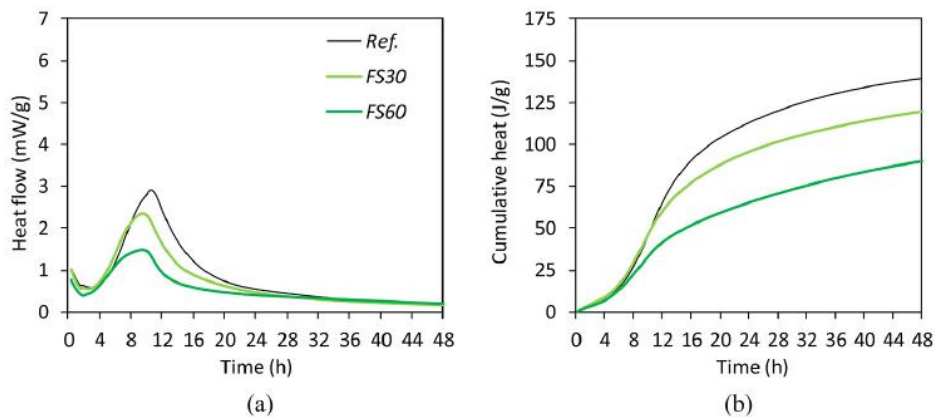


Figure 2.11 : Courbes de flux de chaleur (a) et de chaleur cumulée (b) des BUHP à 20 °C [Yalçinkaya et Çopuroğlu, 2021].

La **Figure 2.11** montre clairement que l'incorporation de laitier réduit la chaleur totale libérée ainsi que le pic principal de la courbe de flux. Le taux initial de flux de chaleur a légèrement augmenté au cours des 8 premières heures après avoir utilisé 30 % du LHF. Ceci peut être attribué à une réduction de la quantité de SP. L'hydratation précoce des liants est généralement retardée en raison d'un dosage élevé de SP dans les BUHP. Le remplacement du ciment par 60 % de laitier provoque un effet de dilution important et le flux de chaleur a commencé à ralentir vers 5,5 h par rapport au mélange témoin.

2.3. Microstructure du BUHP

Malgré le faible développement du processus d'hydratation, les BUHP sont marqués par une microstructure ultra dense grâce à la contribution des grains de ciment et de fumée de silice non hydratés à l'affinement de la structure poreuse (effet filler) qui se traduit à l'échelle macroscopique par une amélioration des performances mécaniques des bétons. L'utilisation d'additions minérales, notamment la FS, densifie la microstructure du matériau et affine sa porosité. La combinaison de cet effet et la grande surface spécifique de cette ultrafine entraîne d'importantes tensions et dépressions capillaires. Cet effet de la FS sur la porosité a été étudié par Baroghel-Bouny et Kheirbek [Baroghel-Bouny et Kheirbek, 2001], qui ont également enregistré une augmentation linéaire et croissante du retrait endogène des pâtes de ciment en fonction de leur teneur en FS.

La durabilité d'un matériau à matrice cimentaire dépend bien évidemment de l'environnement dans lequel il se trouve mais aussi de la qualité de sa microstructure. Ainsi, plusieurs chercheurs se sont intéressés à la caractérisation de la microstructure du BUHP à travers différents tests utilisés dans la littérature tels que la porosimétrie par intrusion de mercure, l'analyse des phases minérales par diffraction des rayons X (DRX), l'analyse thermogravimétrique (ATG) et l'observation microscopique (MEB et MET).

Le BUHP présente une très faible porosité associée à un rapport E/L extrêmement réduit. Loukili *et al.* [Loukili *et al.*, 1999] ont effectué une analyse au porosimètre à mercure sur un BFUP ayant un rapport E/C de 0,2. Les résultats ont montré l'absence de pores capillaires (diamètre > 50 nm) au jeune âge. Un pic principal net à environ 30 nm est observé. Cela indique que la porosité du béton conçu après seulement 24 heures est majoritairement constituée de pores formés dans les hydrates (le diamètre est compris entre 6 et 50 nm). Ce résultat peut être attribué au dosage plus élevé de fumée de silice dans le mélange (25 % de la masse de ciment). En conséquence, la plus grande finesse des particules de FS permet un remplissage efficace des vides entre les particules de ciment dans le béton frais. Au cours de la première semaine, les auteurs ont observé une diminution significative du volume des pores (87 %). Les mesures ont révélé un déplacement du pic de 30 nm vers des pores d'environ 20 nm de diamètre. Cette modification de la distribution de la taille des pores est certainement due à la réaction pouzzolanique qui se produit entre la FS et l'hydroxyde de calcium pour former plus de gel C-S-H. Cela a conduit à l'affinement et à la densification de la structure des pores du béton. Au-delà de 7 jours, l'analyse au porosimètre n'a pas détecté de changement dans la structure des pores [Loukili *et al.*, 1999].

Il a été démontré que pour le BUHP avec un rapport E/C de 0,2, les pores capillaires deviennent discontinus lorsque seulement 26 % du ciment sont hydratés, au lieu de 54 % pour le BHP (E/C = 0,33) [Bonneau *et al.*, 2000]. En général, la taille des pores du BFUP est principalement concentrée entre 2 et 3 nm, le diamètre de pore le plus probable est de 2 nm, et sa porosité totale est de 2,23 % [Long, 2003]. Elle est nulle dans la plage de 3,75 nm à 100 µm pour le BUHP durci entre 150 et 200 °C [Cheyrezy *et al.*, 1995]. Les BUHP sont donc caractérisés par une porosité totale très faible et non connectée [Richard et Cheyrezy, 1995]. Par exemple les BUHP traités thermiquement à 90°C sont pratiquement imperméables et peuvent offrir une très haute résistance à la pénétration des ions chlorure [Bonneau *et al.*, 1997]. Ceci peut être associé à l'action des additions permettant de modifier la structure poreuse de la matrice. À titre d'exemple la porosité totale du BPR est de 4 ± 1 % [Matte et Moranville, 1999]. La porosité totale d'un BFUP stocké dans l'eau peut être deux à trois fois celle d'un BFUP traité thermiquement [Rossi *et al.*, 2005].

Les propriétés mécaniques du BUHP peuvent être améliorées en manipulant l'homogénéité, la porosité et la microstructure des particules, ce qui peut être accompli en éliminant les agrégats grossiers et en réduisant le rapport E/C pour diminuer la teneur en CaO-SiO₂ du mélange [Way et Wille, 2015]. De

plus, l'hydratation maximale du BUHP varie de 30 à 55 % en raison de son faible rapport E/C [Cheyrezy *et al.*, 1995]. En outre, la présence des additions minérale peut non seulement remplir les pores plus larges entre les particules de ciment, mais aussi réduire la fissuration due à la chaleur d'hydratation, créant ainsi une matrice de béton plus dense [Ghafari *et al.*, 2015].

Comme mentionné précédemment, la quantité de particules de ciment non hydratées et d'addition est importante en raison de l'utilisation de grandes quantités de liant. En introduisant une quantité appropriée de matériaux alternatifs dans le BUHP, la quantité de particules de ciment non hydratées peut être minimisée. Par conséquent, la quantité de particules de ciment et d'additions participant aux réactions d'hydratation augmente. En fait, en augmentant la participation du ciment aux réactions d'hydratation, les silicates de calcium (C_3S et C_2S) en réaction avec l'eau peuvent produire plus de produits d'hydratation (C-S-H et CH) [Bahmani et Mostofinejad, 2022]. Ainsi, une microstructure plus dense est produite dans les BUHP contenant des ajouts pouzzolaniques. Long *et al.* [Long *et al.*, 2005] ont indiqué qu'une interface réactive est formée entre le noyau incomplètement hydraté et les produits d'hydratation. Le noyau agit comme un squelette pour la matrice et améliore considérablement les propriétés de la phase matricielle. L'observation au microscope électronique à balayage (MEB), comme le montre la **Figure 2.12**, souligne que la structure de la pâte durcie était très dense en raison du très faible rapport E/L, de l'hydratation du ciment et de l'effet pouzzolanique de la FS et du LHF. Le principal produit d'hydratation est un gel C-S-H homogène, aucune particule de $Ca(OH)_2$ et d'ettringite n'a pu être identifiée [Wang *et al.*, 2012]. La **Figure 2.13** prouve que le BUHP présente une zone de transition interfaciale très compacte, sans pores visibles [Wang *et al.*, 2012].

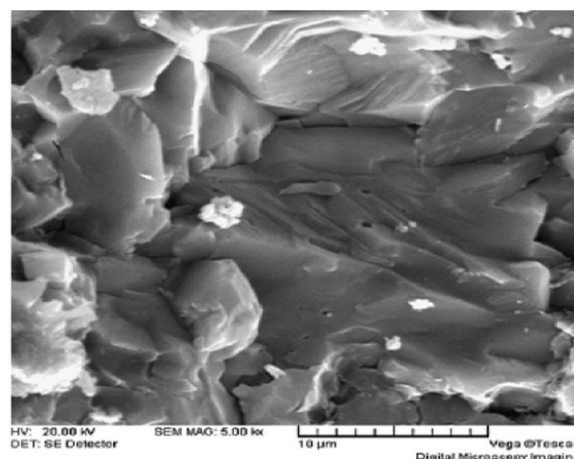


Figure 2.12 : Image MEB d'un BUHP durci [Wang *et al.*, 2012].

En 2021, Abdulkareem *et al.* [Abdulkareem *et al.*, 2021] ont étudié l'effet de l'incorporation de laitier, en substitution partielle du ciment (30, 50 et 80 %), sur l'évolution de la microstructure du BUHP. Les observations ont été réalisées à l'aide d'un microscope électronique à transmission (MET). La haute résolution de cette technique de microscopie a fourni des informations précises sur les phases formées et leurs interactions, qui dépendent : i) de la teneur en laitier, ii) de l'âge d'hydratation, et iii) de l'activation appliquée. Les auteurs ont remarqué que l'incorporation de 30 % de laitier dans le mélange permet d'obtenir une compacité élevée et une diminution prononcée de la porosité capillaire. Comme le présente la **Figure 2.14**, la microstructure densifiée du béton à 90 jours avec une faible porosité peut être représentée par des points blancs sous forme de pores extra-fins, indiquant la présence d'une structure poreuse très fine. Compte tenu d'un rapport E/L très faible ($E/L = 0,14$), le nombre de pores a été considérablement réduit. Les particules du liant composite sont très serrées, formant une microstructure ultra-dense à long terme. Il a été noté que la réaction du laitier s'est poursuivie en générant

des produits d'hydratation remplissant continuellement les grands pores à un âge d'hydratation tardif [Abdulkareem *et al.*, 2021].

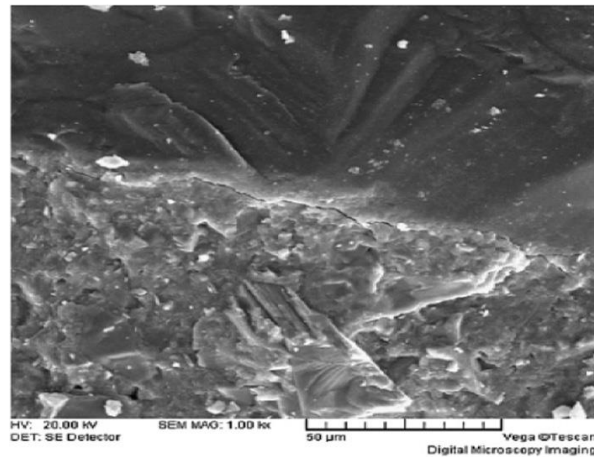


Figure 2.13 : Image MEB de l'ITZ dans le BUHP [Wang *et al.*, 2012].

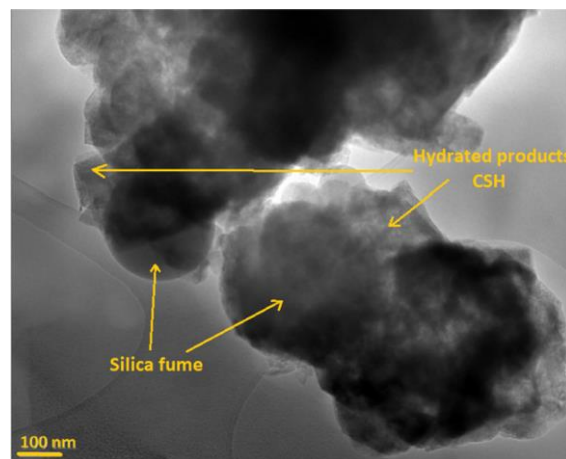


Figure 2.14 : Image MET d'un BUHP contenant 30 % de laitier à 90 jours, montrant les produits hydratés (C-S-H) [Abdulkareem *et al.*, 2021].

He *et al.* [He *et al.*, 2018] ont rapporté qu'en raison de sa plus faible activité pouzzolanique par rapport à la fumée de silice, le laitier de lithium crée des pores et des cavités d'air dans la matrice au jeune âge, ce qui affaiblit la microstructure. Cela indique que l'ajout de laitier de lithium dans le BUHP augmente la porosité capillaire et réduit ainsi les propriétés mécaniques au jeune âge (**Figure 2.15**). Cependant, à un âge plus avancé, la microstructure des échantillons contenant du laitier de lithium est renforcée et aucune quantité significative de CH n'est observée. Les images MEB indiquent que le laitier de lithium ne présente pas une activité pouzzolanique aussi forte que la fumée de silice et qu'un remplacement de 10 % de la FS par du laitier conduit à une structure plus dense, ce qui permet d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques. L'une des caractéristiques fondamentales du laitier de lithium est que le processus d'hydratation est plus lent. Par conséquent, lorsque le BUHP comprend du laitier de lithium, on peut s'attendre à ce qu'au jeune âge, une microstructure moins dense se développe et que les particules participant à la réaction d'hydratation soient réduites. Cependant, après un certain temps (généralement après 14 jours), les particules participant à la réaction d'hydratation augmentent et la microstructure du béton devient plus dense [Bahmani *et Mostofinejad*, 2022].

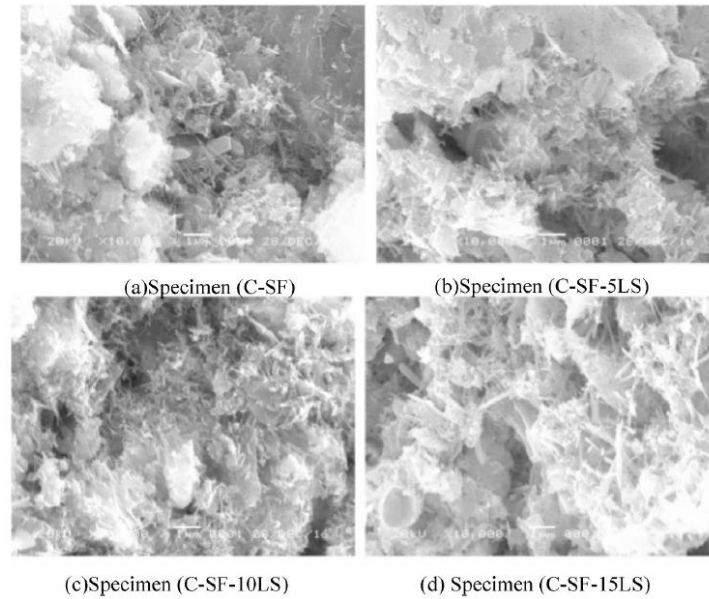


Figure 2.15 : Images MEB d'un BUHP contenant différents dosages du laitier (LS) à 3 jours d'hydratation [He et al., 2018].

Des travaux antérieurs ont montré que le laitier granulé de haut fourneau moulu est capable d'améliorer les propriétés mécaniques du BUHP à long terme [Yazıcı et al., 2010 ; Yalçinkaya et Çopuroğlu, 2021]. Pour mieux comprendre les effets du laitier sur les propriétés mécaniques du BUHP, sa microstructure a été examinée par DRX. Les diagrammes DRX du BUHP indiquent que l'ajout de laitier au mélange entraîne une diminution du nombre de pics d'hydroxyde de calcium et que, pour des remplacements élevés de laitier, presque tous ces pics disparaissent pour être remplacés par ceux liés à C_2S , C_3S et C_4AF , en fonction de la présence de particules de ciment non hydratées. Dans les analyses effectuées sur le BUHP comprenant des pourcentages élevés de remplacement du ciment par du laitier, aucune phase ettringite n'est visible et la quantité de C_3S et de C-S-H produite augmente [Bahmani et Mostofinejad, 2022]. Ahmed et al. [Ahmed et al., 2021] ont effectué des analyses DRX sur des BUHP contenant différents dosages en laitier (0, 15, 60 %). Les diagrammes DRX des mélanges P-S0, P-S15 et P-S60 à l'âge de 28 jours sont présentés sur la **Figure 2.16**.

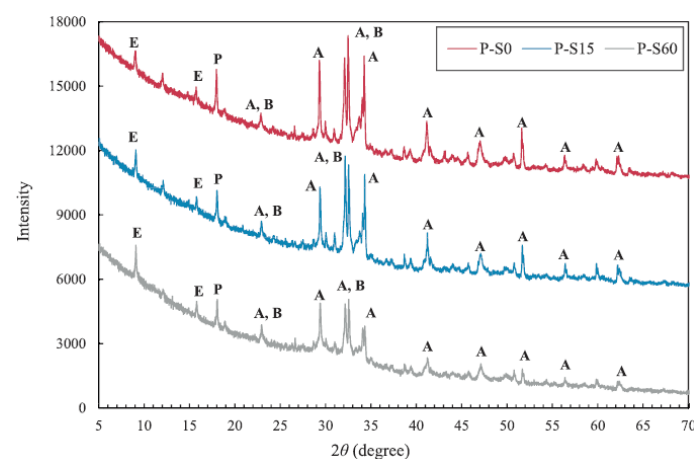


Figure 2.16 : Diagrammes DRX des pâtes P-S0, P-S15 et P-S60 à 28 jours (A = alite, B = bélite, E = ettringite, P = Portlandite) [Ahmed et al., 2021].

Les intensités du CH et des minéraux du clinker étaient généralement plus faibles pour les pâtes à base de LHF que pour la pâte de référence. Ceci est dû au fait que le laitier consomme de la Portlandite provenant de l'hydratation du ciment pour former du C-S-H. Abdulkareem et al. [Abdulkareem et al.,

2021] ont également caractérisé la microstructure des BUHP à base de laitier. Les auteurs ont constaté que les intensités de Portlandite sont pratiquement les mêmes pour le béton de référence et celui contenant 30 % de laitier. Avec l'augmentation du taux de remplacement du ciment par le laitier, une diminution de ces pics a été clairement observée. L'accélération de l'hydratation du mélange en présence de 30% de LHF induit en fait une accélération de la production de Portlandite qui est contrebalancée par sa consommation rapide par la fumée de silice. Pour des teneurs élevées en laitier, la quantité de Portlandite produite diminue, et sa consommation par la réaction pouzzolanique de la fumée de silice augmente, résultant en de très faibles quantités de Portlandite même après 3 jours d'hydratation [Abdulkareem *et al.*, 2018 (b)]. Abdulkareem *et al.* [Abdulkareem *et al.*, 2021] ont indiqué que les intensités de C-S-H sont plus élevées dans le mélange de référence et diminuent progressivement lorsque la teneur en LHF augmente. Les pics de C-S-H sont particulièrement faibles pour le béton contenant 80 % de laitier.

Il est intéressant de noter qu'une étude complète des propriétés microstructurales du BUHP est essentielle pour mieux contrôler ses propriétés à court et long termes. Plusieurs chercheurs ont utilisé l'analyse thermogravimétrique (ATG) pour étudier la microstructure des BUHP contenant du sable de quartz et divers matériaux cimentaires en remplacement partiel du ciment, notamment la fumée de silice et le laitier granulé de haut fourneau [Abdulkareem *et al.*, 2018 (b) ; Ahmed *et al.*, 2021 ; Yalçinkaya et Çopuroğlu, 2021]. En outre, les analyses microstructurales sont nécessaires pour définir les pourcentages optimaux des différents substituts du ciment, déterminer le meilleur type de pouzzolane, le sable approprié dans le BUHP, et la méthode de durcissement adéquate pour obtenir les meilleures qualités de produit. Dans l'étude menée par Yalçinkaya et Çopuroğlu [Yalçinkaya et Çopuroğlu, 2021], une analyse thermogravimétrique (ATG) a été réalisée pour cerner l'effet de l'incorporation de laitier sur les produits d'hydratation. Les courbes de thermogravimétrie/thermogravimétrie dérivée (TG-DTG) des BUHP durcis pendant 90 jours sont présentées sur la **Figure 2.17**.

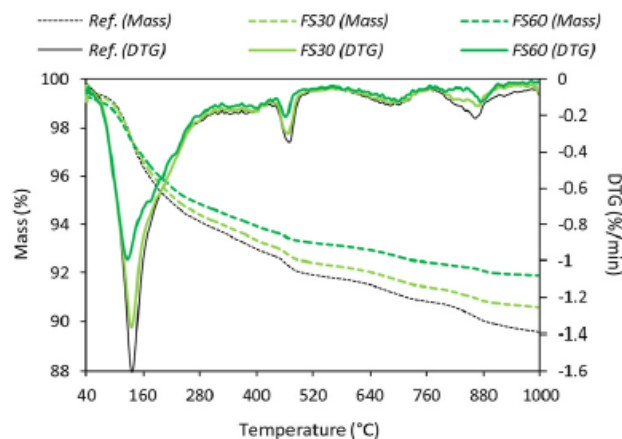


Figure 2.17 : Courbes d'ATG des mélanges de BUHP durcis pendant 90 jours [Yalçinkaya et Çopuroğlu, 2021].

Le premier pic détecté en dessous de 200 °C est principalement dû à la déshydratation de plusieurs hydrates tels que C-S-H, ettringite, monosulfoaluminate, gypse et monocarbonate, ce qui indique que la quantité de gypse n'ayant pas réagi diminue avec la diminution de l'ettringite. Le deuxième pic principal indiquant la décomposition de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ a été observé à 471 °C, 468 °C, et 463 °C pour les mélanges Ref. (béton de référence), FS30 (béton à base de 30 % de laitier), et FS60 (béton contenant 60 % de laitier), respectivement. L'intensité du pic a été affaiblie par l'augmentation du taux de substitution du ciment par du laitier. Les courbes DTG impliquent que le $\text{Ca}(\text{OH})_2$ a été consommé par la réaction pouzzolanique du LHF. Les teneurs en $\text{Ca}(\text{OH})_2$ de Ref., FS30 et FS60 sont respectivement de 2,1 %, 1,2 % et 0,5 %. La quantité de Portlandite diminue avec l'augmentation de la teneur en laitier, ce qui est

en accord avec les résultats d'une étude précédente [Liu et Guo, 2019]. À 572 °C, un petit pic endothermique a été enregistré. À partir de cette température, une large bande de la courbe DTG a commencé à se former, avec un pic à 700 °C. Ce pic large peut être attribué à la décarbonatation de la calcite (CaCO_3). Le pic exothermique à 860-875 °C indique une transformation de phase en wollastonite (CaSiO_3) [Yalçinkaya et Çopuroğlu, 2021].

2.4. Déformations endogènes du BUHP au jeune âge

Le **retrait** du béton est défini comme une déformation tridimensionnelle qui se traduit par une diminution du volume. En général, cette déformation est exprimée sous la forme d'une déformation linéaire, car l'une des dimensions est habituellement beaucoup plus grande que les deux autres et les effets du retrait sont plus importants dans la plus grande dimension [Aïtcin et al, 1998].

Le retrait est un phénomène qui se produit dès la mise en place du béton, pendant sa prise et son durcissement et qui se développe dans le temps. Il est dû à des phénomènes chimiques et physiques en l'absence de toute sollicitation mécanique sur le matériau. Lorsque le matériau à base de ciment est conservé dans des conditions endogènes (échantillon protégé de tout séchage), il subit des variations de volume uniquement liées à la réaction d'hydratation. Celles-ci sont principalement de deux natures, l'une est d'origine chimique et l'autre est purement physique.

Toute matrice cimentaire qui n'est pas durcie à l'eau développe un certain retrait endogène. Cette caractéristique est une conséquence directe de la contraction chimique développée lors de l'hydratation du ciment Portland. Dès le début de la prise, la contraction de Le Chatelier évolue vers une autre déformation appelée retrait d'auto-dessiccation. Ce retrait est dû à l'apparition de tensions capillaires liées à un séchage interne de la pâte résultant de la poursuite de l'hydratation. Le retrait apparent d'auto-dessiccation est beaucoup plus faible que la contraction de Le Chatelier, comme le montre la **Figure 2.18**. Par conséquent, la contraction de Le Chatelier et l'auto-dessiccation sont les deux mécanismes moteurs du retrait endogène.

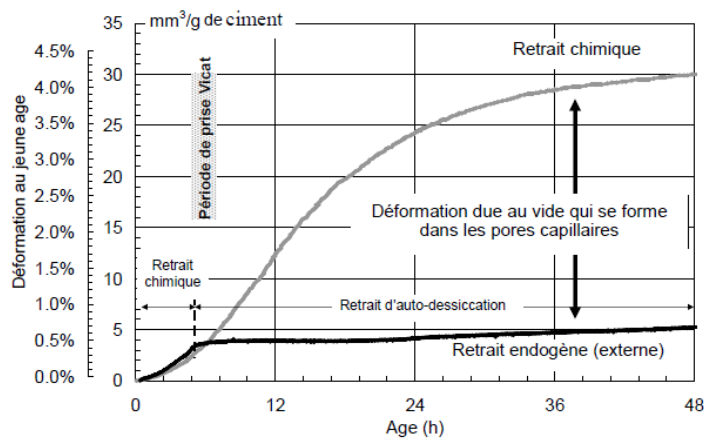


Figure 2.18 : Différence entre le retrait chimique et le retrait endogène d'une pâte de ciment [Bouasker, 2007].

Il est bien connu que le BUHP est caractérisé par un rapport E/L très faible et une proportion de ciment très élevée, plus de trois fois supérieure à celle du béton ordinaire [Eide et Hisda, 2012], ce qui conduit à un développement rapide de la résistance mécanique. Le faible rapport E/L, combiné à l'optimisation du squelette granulaire [De Larrard et Sedran, 1994], permet d'obtenir une matrice très dense, bénéfique pour résister aux charges de compression et à la pénétration d'agents agressifs. Cependant, en raison du faible rapport eau/liant du BUHP, du volume important de liant et de l'ajout de superplastifiant, une importante déformation endogène de retrait peut être développée [Caixia et al., 2018]. Le retrait du

béton provoque des fissures qui peuvent entraîner une détérioration significative des propriétés mécaniques et de la durabilité des matériaux à base de ciment. Il est donc très important d'étudier systématiquement les propriétés de retrait des BUHP et leurs mécanismes connexes.

Dans cette section, nous allons passer en revue la littérature qui a été consacrée à la mesure du retrait chimique et endogène des BUHP.

2.4.1. Retrait chimique

Henri Le Chatelier est le premier qui a mis en évidence la fameuse contraction qui porte désormais son nom. Le retrait chimique est la réduction du volume absolu du matériau, il se déroule avant la prise et il se poursuit tant que l'hydratation du ciment progresse tout en consommant l'eau disponible et en consolidant le réseau poreux. Pendant la réaction d'hydratation du ciment, le volume des hydrates formés est inférieur à la somme des volumes de ciment anhydre et d'eau consommée. Ce processus représente une contraction du volume de l'ordre de 8 à 10 % en fonction de la proportion des différents hydrates qui peuvent être produits. La contraction chimique est le mécanisme moteur à l'origine de la déformation endogène (**Figure 2.19**).

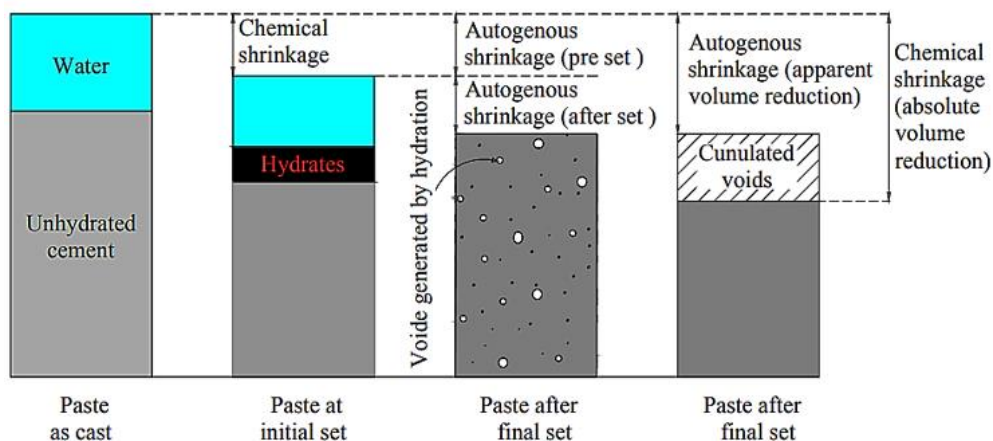


Figure 2.19 : Représentation schématique du retrait endogène et chimique de la pâte de ciment (inspiré de [Gowripalan, 2020]).

Le retrait chimique est à l'origine de la fissuration au jeune âge, un problème courant pour les bétons à faible rapport E/C. Cependant, pour éviter le développement de fissures initié par le retrait endogène, une mesure précise du retrait chimique est nécessaire. Selon la littérature, le nombre d'études sur le retrait chimique du BUHP est très limité. Li *et al.* [Li *et al.*, 2017] ont évalué le retrait chimique des BUHP avec différents types et dosages de superplastifiant (SP). Les résultats montrent que les retraits au jeune âge des BUHP, y compris les retraits chimiques et endogènes, sont particulièrement élevés en raison du faible rapport E/L et de la grande quantité de fines. Ces déformations précoces à l'origine des fissures sont des problèmes majeurs pour les bétons structuraux, notamment pour leur durabilité à long terme, qui résultent principalement de la perte d'humidité et de l'auto-dessiccation. La **Figure 2.20 (a)** montre les résultats du retrait chimique des pâtes avec différents types de SP, tandis que la **Figure 2.20 (b)** montre les courbes de retrait chimique des pâtes incorporant différents dosages de SP3 (SP utilisé pour obtenir une très grande fluidité et une longue stabilité rhéologique, même avec un faible rapport eau/ciment). Les auteurs ont constaté que les différents types de SP affectent principalement les mesures du retrait chimique avant 24 h. Par la suite, elles sont presque identiques. En incorporant un dosage plus élevé de SP, la pâte développe un retrait chimique plus lent avant 24 heures.

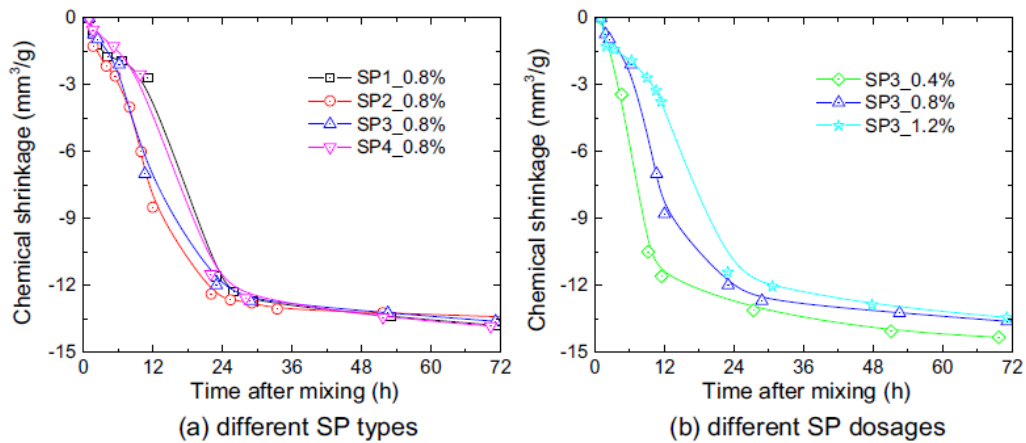


Figure 2.20 : Retrait chimique des pâtes [Li et al., 2017].

En 2019, Zenati *et al.* [Zenati et al., 2019] ont étudié l'influence du laitier sur le retrait chimique du BUHP à un âge très précoce (avant 72 h). La mesure de la contraction chimique est effectuée par pesée hydrostatique environ dix minutes après le malaxage. Leurs résultats expérimentaux, illustrés sur la **Figure 2.21**, ont montré que le retrait chimique du mélange de référence est plus prononcé car il contient des quantités importantes de minéraux de clinker. Cependant, les BUHP à base de LHF présentent un retrait plus faible. Ce retrait est d'autant plus faible que la teneur en laitier est élevée.

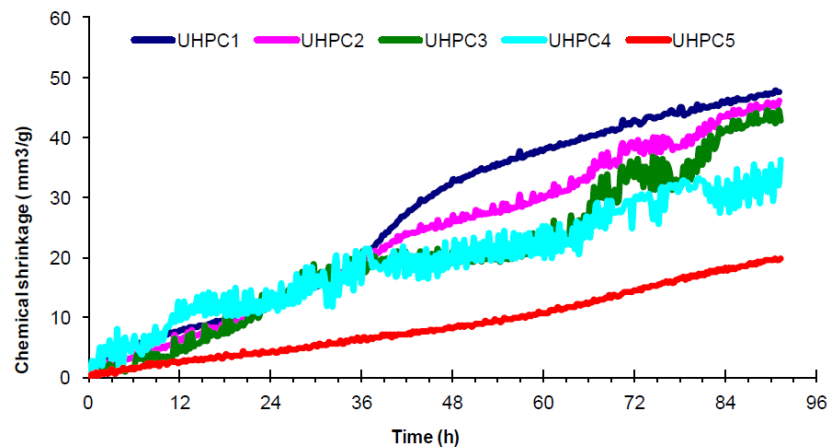


Figure 2.21 : Évolution du retrait chimique de différents BUHP [Zenati et al., 2019].

Dans l'étude de Li *et al.* [Li et al., 2021], l'effet de différentes finesses de laitier sur l'évolution du retrait chimique des mélanges de laitier-cendre volante activées au carbonate de sodium a été exploré. Le dispositif de mesure du retrait chimique est équipé d'une pipette graduée remplie d'eau. Le système est placé dans une chambre (20 ± 1 °C) pendant 28 jours. Les laitiers sont marqués comme étant slag I ($D_{50} = 8,1$ μm), slag II ($D_{50} = 4,3$ μm) et slag III ($D_{50} = 3,1$ μm). Les résultats de l'essai sont présentés sur la **Figure 2.22**. Il est bien connu que le retrait chimique est directement lié à l'hydratation et donc aux hydrates formés. Comme indiqué sur la **Figure 2.22**, le retrait chimique durant les 7 premiers jours a augmenté dans l'ordre : slag I < slag II < slag III, et les trois types de laitier ont un retrait chimique légèrement différent sur 28 jours. Les auteurs soulignent que la diminution du D_{50} du laitier et l'augmentation du dosage de l'activateur pourraient accélérer l'hydratation des pâtes composites, en particulier au jeune âge.

Une série d'expériences a été menée par Sun *et al.* [Sun et al., 2022] pour déterminer l'influence du rapport E/L (0,15, 0,17 et 0,19) et de la teneur en fumée de silice (10, 15 et 20 %) sur le retrait chimique

des BUHP. Une fiole Erlenmeyer de 500 ml avec une pipette graduée (pour saisir les changements de volume de l'échantillon) a été utilisée. Environ 50 g de BUHP frais sont placés dans l'erenmeyer et de l'huile de paraffine est soigneusement ajoutée pour sceller l'échantillon. Les résultats sont présentés sur la **Figure 2.23**. Le retrait chimique est le résultat d'une réaction chimique ; il est donc étroitement lié au degré de réaction. Les auteurs ont montré que l'augmentation du rapport E/L entraîne une augmentation du retrait chimique et du degré d'hydratation, en raison d'une teneur en eau plus élevée pour la réaction chimique. Une substitution plus importante de la fumée de silice diminue le développement du retrait chimique et du degré de réaction. Ceci démontre l'effet retardateur de la fumée de silice sur la réaction chimique.

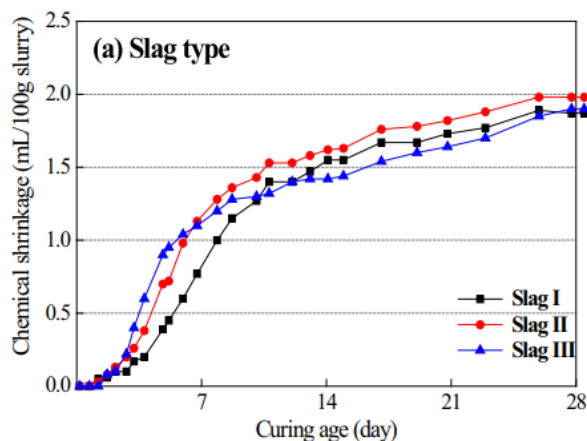


Figure 2.22 : Retrait chimique des pâtes étudiées [Li et al., 2021].

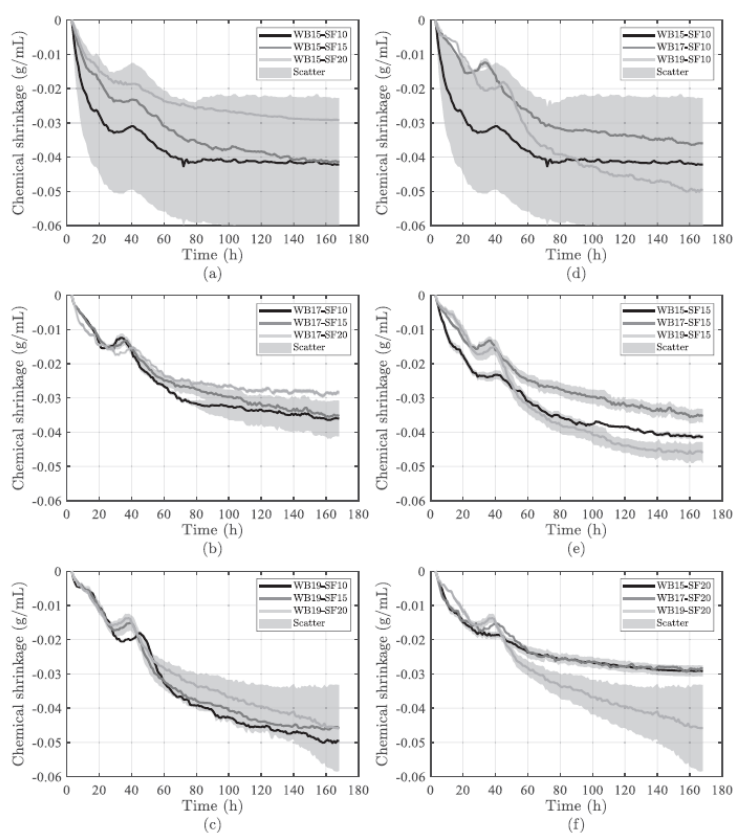


Figure 2.23 : Effet de la fumée de silice (à gauche) et du E/L (à droite) sur le retrait chimique, enregistré à partir de 3 h après l'ajout d'eau [Sun et al., 2022].

2.4.2. Retrait endogène

Le retrait endogène est défini comme la réduction de volume externe (apparent) des matériaux cimentaires sans échange d'humidité avec l'environnement [Yoo *et al.*, 2013]. Il est le résultat des réactions chimiques internes des composants du béton et de la diminution de l'eau dans l'espace poreux. Cette consommation d'eau entraîne un départ d'eau qui se traduit par une baisse de l'humidité relative interne de la matrice cimentaire. Ce processus provoque une déformation appelée retrait d'auto-dessiccation.

Le processus d'hydratation provoque une réduction de volume après la prise, créant des vides dans la pâte de ciment hydratée (pores capillaires), ce qui entraîne une diminution de la teneur en eau interne. Cette déformation se produit principalement dans les mélanges confectionnés avec un faible rapport E/C et une forte teneur en fines. L'auto-dessiccation, par consommation d'eau capillaire dans le processus d'hydratation, conduit à un transfert de volume gazeux et l'apparition de ménisques d'eau. Ainsi, la pression de vapeur d'eau en équilibre avec la pâte de ciment diminue. Plus l'hydratation progresse, plus il y a des vides qui se forment et plus la pression d'eau en équilibre diminue [Cherkaoui, 2010]. Ce phénomène conduit à une variation de volume d'autant plus importante que le diamètre des pores est faible. Ceci explique le fait que les BUHP à microstructure plus fine ont un retrait endogène plus important que les BO (diamètres de pores plus grands).

Deux mécanismes principaux permettent d'expliquer la variation de volume provoquée par l'auto-dessiccation, dont le mécanisme chimique par la contraction de Le Chatelier et le mécanisme physique par la variation de la dépression capillaire. Ce dernier traduit l'auto-dessiccation au sein de la porosité capillaire par la formation de ménisques à l'interface des phases liquide/vapeur d'eau, au niveau desquels des forces de tension très importantes s'exercent sur les parois des capillaires (mise en compression du squelette solide qui provoque un retrait), conduisant à une réduction du volume apparent de la pâte de ciment hydratée par diminution de l'humidité relative au cœur des pores capillaires. Ce mécanisme explique bien la variation du volume pour une humidité relative supérieure à 80 %, car la réaction d'hydratation se produit généralement dans des conditions d'humidité relative qui dépasse 75 %, ce phénomène est la cause principale de l'auto-dessiccation [Holt, 2001].

L'effet de la tension capillaire sur les parois des pores fait appel à deux lois, celle de Laplace et celle de Kelvin, qui décrivent l'équilibre du ménisque sous différentes pressions de part et d'autre, et l'équilibre hygrométrique entre le liquide et la vapeur d'eau. La combinaison de ces deux lois montre que la dépression capillaire est fonction de la taille des pores et de l'humidité relative interne. La diminution de l'humidité relative conduit à une augmentation de la succion capillaire. L'évolution rapide du retrait endogène est directement liée au développement de la microstructure au jeune âge, ce qui modifie le réseau poreux et entraîne la réduction du rayon moyen des pores et, par conséquent, l'augmentation de la dépression capillaire.

Quelques recherches ont été menées pour étudier le comportement du BUHP vis-à-vis du retrait endogène [Shen *et al.*, 2018 ; Caixia *et al.*, 2018]. En raison de la teneur élevée en matériaux cimentaires, du très faible rapport E/L, de l'absence des granulats grossiers et de la présence de divers additifs dans le mélange, le BUHP présente un retrait endogène important [Qasim, 2018]. Le retrait endogène ne se produit pas couramment dans le béton à résistance normale mais se développe dans le béton à haute et ultra-haute résistance [Acker, 2004]. Pour un béton ordinaire, le retrait endogène est généralement inférieur à 100 $\mu\text{m/m}$ à 1 mois d'âge, ce qui est bien inférieur au retrait de séchage [Davis, 1940]. Cependant, le retrait endogène augmente rapidement dans les composites à faible rapport E/L, et est finalement considéré comme la composante dominante du retrait total [Cheung et Leung, 2011]. La déformation due au retrait endogène du BFUP est nettement plus élevée que celle du béton ordinaire.

Une valeur significative de retrait endogène de 700 $\mu\text{m/m}$ pour un béton avec un rapport E/C de 0,17 a été documentée [Tazawa et Miyazawa, 1993]. Par conséquent, pour les BUHP formulés avec un très faible rapport E/C et une grande quantité de fumée de silice, le retrait total est certainement attribué au retrait endogène [Zhang *et al.*, 2003].

Gowripalan [Gowripalan, 2020] a également rapporté que dans le BUHP durci, la composante dominante est le retrait endogène en raison de la grande quantité de liant et du faible rapport E/L. Il n'y a pratiquement pas d'eau présente dans le BUHP pour induire un retrait par séchage. En outre, la matrice très dense et peu perméable ne permet pas à l'eau des pores de remonter à la surface et de s'évaporer. Ce phénomène ne peut pas être attribué uniquement au grand volume de pâte, mais il s'agit plutôt de l'effet combiné du volume de pâte et de la réduction du rapport E/L. Une diminution du volume de la pâte par l'introduction de granulats diminuera fondamentalement le retrait endogène. Bastien Masse [Bastien Masse, 2010] a évalué le retrait du béton ordinaire et du BFUP pendant les premiers mois après leur fabrication. L'acquisition des données commence dès le démoulage des cylindres, c'est-à-dire 24 heures après le contact eau-ciment. Les courbes de retrait sont présentées sur la **Figure 2.24**, chaque graphique indiquant le retrait total, le retrait endogène et le retrait de séchage pour chaque type de béton.

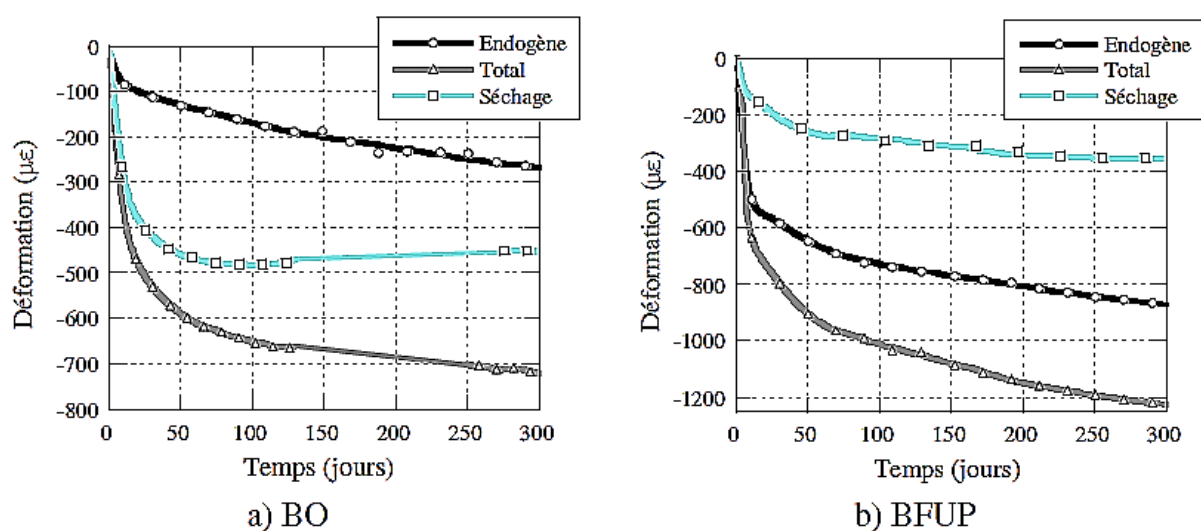


Figure 2.24 : Résultats des tests de retrait [Bastien Masse, 2010].

Un dispositif de mesure linéique horizontal a été utilisé par Mounanga *et al.* [Mounanga *et al.*, 2012] pour suivre les déformations de certains échantillons de BUHP dès le plus jeune âge à 20 °C. Les résultats de leurs travaux sont montrés sur la **Figure 2.25**. Le retrait endogène mesuré est une combinaison du retrait chimique et de l'auto-dessiccation. Les auteurs ont expliqué l'écart entre les courbes de retrait endogène des différents mélanges (ERPC) par la variation de la teneur en SP et par la substitution partielle de la fumée silice par le quartz concassé.

Le retard d'hydratation induit par le SP a entraîné un retard de prise et une extension de la phase de déformation dominée par le retrait chimique. Le développement du retrait chimique est particulièrement élevé au cours des premières heures. Le RPC_3 (SP = 1,8 %) présente des valeurs de retrait endogène plus élevées que l'ERPC_2 (SP = 1,0 %), dont le retrait endogène est supérieur à celui de l'ERPC_1 (SP = 0,5 %). La substitution partielle de la FS par du quartz concassé induit une diminution du retrait endogène de ERPC_4 par rapport à celui de RPC_3. Cet effet positif du quartz concassé peut être lié à son effet d'accélération sur la vitesse d'hydratation du ciment, et l'atténuation de l'effet retardateur du SP (sur le temps de prise de l'ERPC) [Mounanga *et al.*, 2012].

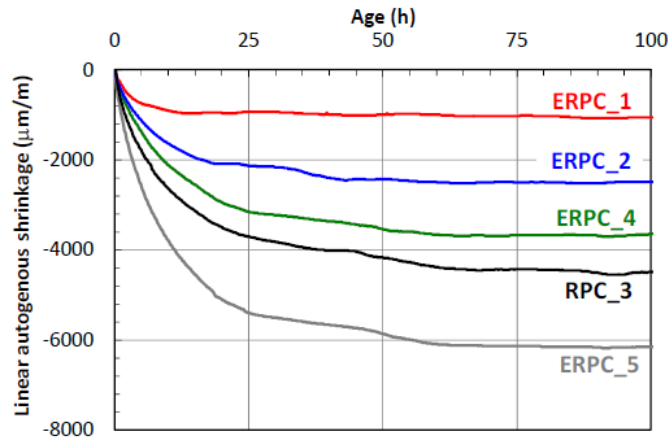


Figure 2.25 : Retrait endogène linéique au jeune âge du BUHP [Mounanga et al., 2012].

Loukili et al. [Loukili et al., 1999] ont étudié les déformations endogènes linéiques d'un BPR fibré de rapport E/C de 0,2 environ 24 heures après la fin du malaxage. La mesure se fait verticalement à l'aide de trois capteurs LVDT. Un thermocouple a été coulé dans les éprouvettes de retrait (éprouvettes cylindriques $90 \times 600 \text{ mm}^2$) pour contrôler la température du béton dès le début de l'essai. La déformation et la température ont été enregistrées toutes les 10 min pendant les 48 premières heures et toutes les heures par la suite. Les auteurs ont rapporté que le retrait endogène à 1 jour représente 45 % de la déformation totale mesurée à 160 jours et 95 % de celle enregistrée à 10 jours. Ceci confirme bien que le retrait endogène qui se développe pendant le premier jour d'hydratation représente une part très importante des déformations endogènes à long terme du matériau. Une valeur maximale de retrait proche de $500 \text{ } \mu\text{m/m}$ a été rapportée. La déformation enregistrée entre 10 et 160 jours est d'environ $20 \text{ } \mu\text{m/m}$.

Dans le travail de recherche de Caixia et al. [Caixia et al., 2018], les paramètres influençant le retrait endogène du BFUP, qui comprennent le rapport E/L et le volume des fibres d'acier, ont été examinés. Un dispositif de mesure linéique verticale a été utilisé pour suivre l'évolution de retrait endogène de 1 jour à 60 jours après la fabrication. Les résultats de l'étude sont exposés sur la Figure 2.26.

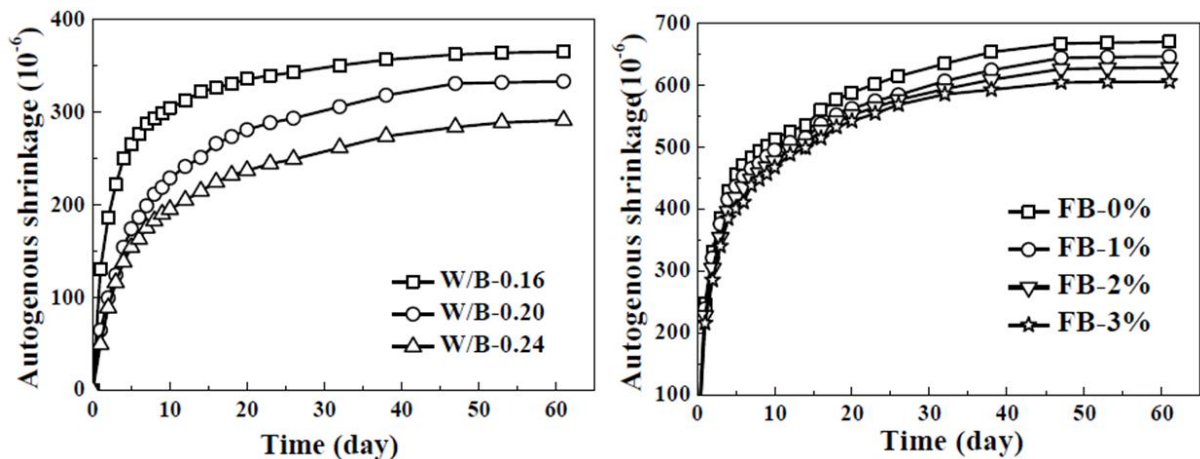


Figure 2.26 : Effet du rapport E/L (à gauche) et effet du volume des fibres (à droite) sur le retrait endogène du BUHP [Caixia et al., 2018].

Pour l'influence du rapport E/L, les courbes montrent que la déformation endogène présente une augmentation rapide au début de la période et tend vers une croissance stable à la fin de la période. Les valeurs de retrait endogène des BFUP à 7 jours sont de 78,7 % (E/L = 0,16), 59,7 % (E/L = 0,20) et 60,2 % (E/L = 0,24). La raison de cette croissance rapide est que l'auto-dessiccation interne est gouverné par

le taux de réaction d'hydratation de la matrice cimentaire ; la réaction d'hydratation précoce entraîne la consommation rapide de l'eau libre interne et l'effet d'auto-dessiccation se développe rapidement. Avec le temps, la vitesse de la réaction d'hydratation diminue et tend à se stabiliser, l'effet d'auto-dessiccation diminue également et tend à se stabiliser. En même temps, les auteurs ont constaté que la valeur du retrait endogène du BUHP augmentait clairement avec la réduction du rapport eau-liant. Le retrait endogène à 60 jours a augmenté de 14,4 % et 25,4 % lorsque le rapport eau-liant est passé de 0,24 à 0,20 et 0,16, respectivement. Les résultats montrent qu'en augmentant le dosage des fibres d'acier, le retrait de la matrice de ciment a été légèrement réduit à long terme.

Certaines études ont examiné l'effet de la fumée de silice sur les propriétés de retrait endogène du BUHP. Dans l'étude menée par Shen *et al.* [Shen *et al.*, 2018], l'effet des paramètres du mélange, y compris la teneur en FS, sur le comportement de retrait endogène du BUHP durci en autoclave ont été étudiés. Les mesures ont été effectuées sur des échantillons prismatiques ($4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$) à l'aide d'un comparateur. La première valeur de retrait endogène a été mesurée immédiatement après le démoulage, à 24 heures, et la seconde a été mesurée à 3 jours après le refroidissement à 20 °C. Les mesures ont été poursuivies jusqu'au 60 jours à 20 °C. Tous les échantillons ont été scellés par plusieurs couches de polyéthylène basse densité (PEBD) et une couche de polypropylène. Les effets de la FS sur le développement du retrait endogène du BUHP pendant 60 jours sont illustrés sur la **Figure 2.27**. Les résultats des tests indiquent que le retrait endogène a tendance à augmenter avec l'augmentation de la quantité de FS. Comme la FS est une addition minérale fine à haute activité et à surface spécifique très élevée, les particules fines peuvent remplir les espaces entre les grains de ciment, et leurs produits d'hydratation peuvent également remplir les pores et affiner la distribution de la taille des pores dans la matrice cimentaire [Zhang et Gjrv, 1991], ce qui entraîne l'augmentation des petits pores allant de 5 à 50 nm. L'incorporation de FS augmente le volume des pores de 5 à 50 nm, ce qui est considéré comme l'un des principaux facteurs affectant le retrait endogène pour lequel la dépression capillaire se produit facilement et l'auto-dessiccation se développe rapidement [Li *et al.*, 2010]. De plus, l'inclusion de FS entraîne une réduction significative de l'humidité relative interne (HR) dans le BUHP [Jensen et Hansen, 1996]. Par conséquent, pour les BUHP incorporant un dosage important de FS, une auto-dessiccation importante et une faible HR interne seront observées, entraînant un retrait endogène conséquent. Bien que la FS affine efficacement la structure des pores et stimule l'hydratation du BUHP, cette ultrafine affecte significativement le retrait endogène. Son effet semble être plus important sur la déformation que la réduction de la quantité de ciment. Il faut noter que les particules ultrafines de FS peuvent facilement s'agglomérer, provoquant des bulles d'air, et altérant ainsi les propriétés du BUHP.

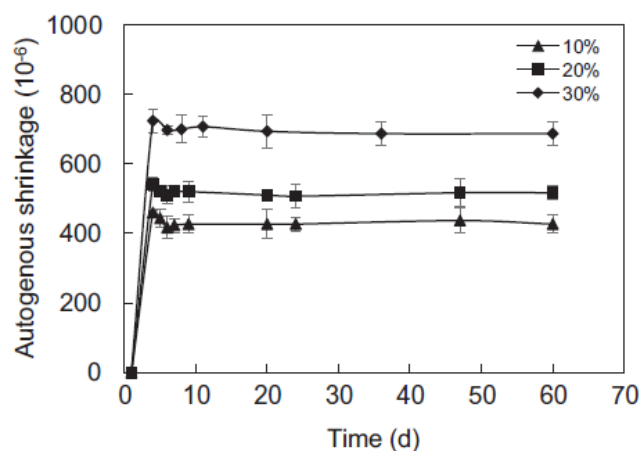


Figure 2.27 : Effet de la teneur en fumée de silice sur le développement du retrait endogène du BUHP [Shen *et al.*, 2018].

Par ailleurs, de nombreux auteurs affirment que le laitier de haut fourneau réduit l'empreinte carbone du béton et améliore ses propriétés à long terme. Cependant, les chercheurs ont également des opinions différentes quant à son influence sur le comportement du béton vis-à-vis du retrait endogène. Il a été prouvé que l'ajout de LHF augmente le retrait du béton ordinaire car les laitiers augmentent l'auto-dessiccation en consommant la Portlandite dans les petits pores capillaires [Darquennes *et al.*, 2011 ; Liu et Hansen, 2016]. Cependant, des effets différents de différents types de laitier sur le retrait des BUHP ont été observés dans certaines études de la littérature. Li *et al.* [Li *et al.*, 2020] ont constaté que le retrait total du BUHP incorporant du laitier est inférieur à celui du BUHP de référence. Lorsque la quantité de laitier augmente, l'hydratation des matériaux cimentaires diminue au jeune âge, la consommation d'eau est réduite, et par conséquent, l'auto-dessiccation du BUHP devient plus faible. Yang *et al.* [Yang *et al.*, 2019 (b)] ont signalé que lorsque le taux de remplacement du ciment par du laitier augmente, l'hydratation peut être ralentie et l'effet de dilution du ciment peut améliorer la stabilité du volume du BUHP. En d'autres termes, un volume élevé de laitier peut réduire le retrait endogène du BUHP. Liu *et al.* [Liu *et al.*, 2018] ont mené un programme expérimental complet pour étudier l'impact du remplacement du ciment par du ciment au laitier (0 %, 25 %, 50 % et 65 % en masse du ciment Portland) sur les propriétés du BUHP, y compris le retrait endogène. Les auteurs ont insisté sur le fait que la réaction pouzzolanique secondaire du laitier augmente la consommation d'hydroxyde de calcium, ce qui augmente la consommation d'eau. La consommation d'eau plus élevée entraîne une auto-dessiccation plus importante. Ils ont conclu que la réaction pouzzolanique secondaire du laitier augmente le retrait endogène en raison de la structure poreuse affinée et de l'épuisement accru de l'eau.

L'étude de Yalçinkaya et Yazıcı [Yalçinkaya et Yazıcı, 2017] s'est concentrée sur le retrait au jeune âge des BUHP avec des ajouts minéraux à haut volume (50 % de LHF). Un système de tubes ondulés sans contact équipé d'un capteur laser a été utilisé pour mesurer le retrait endogène avant la prise. La déformation endogène des échantillons scellés a été mesurée à 20 °C, 30 °C et 40 °C. La surface supérieure du mélange frais a été recouverte d'une couche de plastique étanche pour éviter le séchage pendant les essais. Les résultats du retrait endogène des mélanges de BUHP sont présentés sur la **Figure 2.28**.

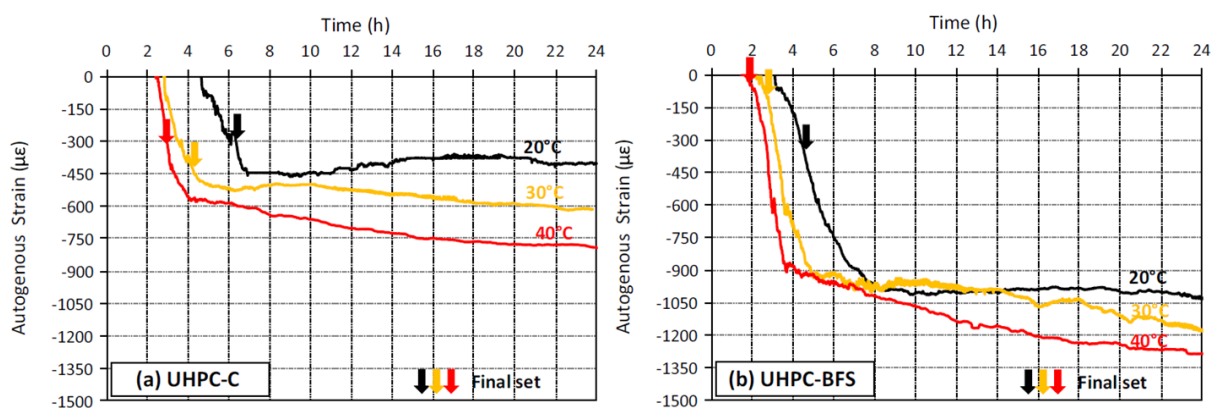


Figure 2.28 : Retrait endogène de mélanges (a) BUHP de référence et (b) BUHP à base de 50 % de LHF à différentes températures [Yalçinkaya et Yazıcı, 2017].

Il est clairement observé que la majeure partie du retrait endogène s'est produite au cours des premières heures après le début de prise. Les mélanges de BUHP à base de ciment (UHPC-C) ont démontré un retrait endogène d'environ 450 µm/m à 20 °C. Cette valeur a augmenté de 33 % et 72 % pour 30 °C et 40 °C, respectivement. Le mélange de BUHP à base de laitier (UHPC-BFS) a présenté un retrait endogène de 1045 µm/m à 20 °C. Le retrait endogène a augmenté de 14 % et 21 % pour 30 °C et 40 °C, respectivement. De plus, le remplacement du ciment par du laitier a provoqué une forte augmentation

du retrait au cours des premières heures. Cette augmentation a été déclenchée en raison d'une température ambiante plus élevée, entraînant un retrait chimique plus important. L'ajout d'un volume élevé de LHF augmente généralement l'affinement des pores et des pores plus petits provoquent plus de déformation de retrait [Lee *et al.*, 2006].

Dans une étude de Tazawa et Miyazawa [Tazawa et Miyazawa, 1997], il a été démontré que le retrait endogène du ciment au laitier de haut fourneau est plus important que celui du ciment Portland ordinaire. Des laitiers de haut fourneau de différentes finesses Blaine sont utilisés. Les auteurs ont souligné que le retrait endogène augmente lorsque des laitiers de haut fourneau à haute finesse sont utilisés. L'effet de la finesse du laitier sur le retrait endogène provient de sa réactivité élevée. Pyo et Kim [Pyo et Kim, 2017] ont étudié le retrait endogène de divers mélanges de BUHP avec des fibres d'acier sur des éprouvettes prismatiques scellées ($4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$). La première mesure a été effectuée environ 24 heures après le contact initial entre l'eau et les grains de ciment. Dans leur étude, deux finesses différentes de LHF ont été utilisées : i) un laitier granulé de taille normale (LHF classique), dont la granulométrie est similaire à celle du ciment ; et ii) un laitier de taille plus fine, produit à partir de LHF classiques à l'aide d'un processus de broyage. Les résultats de l'essai sont présentés sur la **Figure 2.29**. Certains chercheurs ont insisté sur le fait que le retrait endogène est plus prononcé dans le mélange contenant de la FS en raison de la structure plus fine des pores [Shen *et al.*, 2018]. Dans l'étude expérimentale menée par Ghafari *et al.* [Ghafari *et al.*, 2016], la FS a été remplacée par d'autres additions, tels que les cendres volantes (CV) ou les LHF, afin de réduire le retrait endogène. Cependant, les résultats de l'étude de Pyo et Kim [Pyo et Kim, 2017] ont montré que le remplacement partiel de la fumée de silice par du laitier fin n'a pas permis de réduire le retrait endogène total, comme le montre la **Figure 2.29** pour les séries SB-I (25 % de fumée de silice) et FB-I (12,5 % de fumée de silice et 12,5 % de laitier fin). Les auteurs ont conclu que le retrait endogène total de tous les mélanges est similaire, bien que le processus de développement du retrait varie au très jeune âge de cure pour chaque mélange. Le mélange à base de laitier classique (SB-N) présente un retrait légèrement plus élevé que le FB-I.

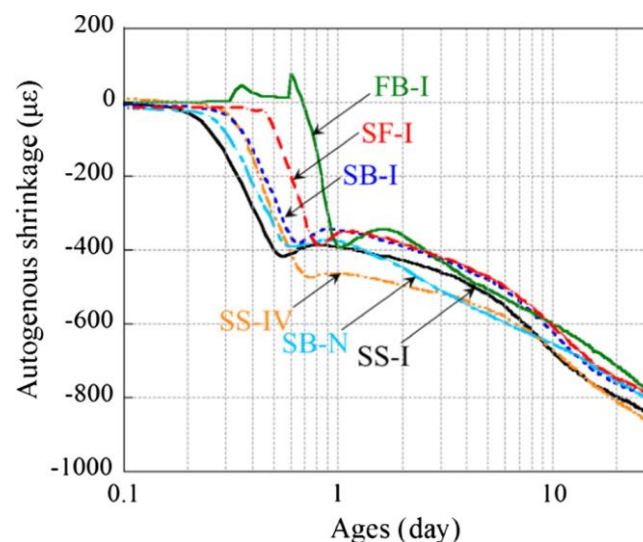


Figure 2.29 : Retrait endogène des mélanges BFUP [Pyo et Kim, 2017].

2.5. Conclusion

Dans ce deuxième chapitre de la partie bibliographique, nous nous sommes intéressés au processus d'hydratation, au développement de la microstructure et aux déformations endogènes au jeune âge des BUHP. Un bref rappel sur les réactions d'hydratation et les mécanismes à l'origine du retrait endogène a été fait dans cette partie. L'effet de la fumée de silice et du laitier de haut fourneau sur la cinétique

d'hydratation, l'évolution du réseau poreux (microstructure) ainsi que la variation du retrait chimique et du retrait endogène a également été discuté.

D'après la revue de la littérature, nous avons remarqué que la plupart des travaux réalisés sur le retrait endogène des BUHP utilisent des méthodes de mesure linéique et l'acquisition des données commence généralement 24 heures après la fabrication, alors qu'il est bien connu que le retrait endogène qui se développe pendant le premier jour d'hydratation représente une part très importante des déformations endogènes à long terme du matériau. Il est donc important de se concentrer sur les tout premiers jours, voire les premières heures d'hydratation, afin de mieux comprendre les effets encore mal connus du laitier et de sa finesse sur les déformations endogènes des BUHP.

La synthèse bibliographique sur le comportement à court et long terme des BUHP à base de laitier étant réalisée, nous allons à présent évoquer les méthodes expérimentales permettant de caractériser ce comportement. Cela fera l'objet du chapitre suivant dédié à la présentation des différents matériaux utilisés, des formulations à tester et des dispositifs de mesure.

Références

- [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)] O.M. Abdulkareem, A.Ben Fraj, M. Bouasker, A. Khelidj, Mixture design and early age investigations of more sustainable UHPC, *Constr. Build. Mater.* 163 (2018) 235–246.
- [Abdulkareem *et al.*, 2018 (b)] O.M. Abdulkareem, A.B. Fraj, M. Bouasker, A. Khelidj, Effect of chemical and thermal activation on the microstructural and mechanical properties of more sustainable UHPC, *Constr. Build. Mater.* 169 (2018) 567–577.
- [Abdulkareem *et al.*, 2021] O.M. Abdulkareem, A.Ben Fraj, M. Bouasker, L. Khouchaf, A. Khelidj, Microstructural investigation of slag-blended UHPC: The effects of slag content and chemical/thermal activation, *Constr. Build. Mater.* 292 (2021) 123455.
- [Acker, 2004] P. Acker, Why does ultra-high-performance concrete (UHPC) exhibit such low shrinkage and such low creep? *ACI Special Publication* 220 (2004) 141-154.
- [Ahmed *et al.*, 2021] T. Ahmed, M. Elchalakani, A. Karrech, M.S. Mohamed Ali, L. Guo, Development of ECO-UHPC with very-low-C3A cement and ground granulated blast-furnace slag, *Constr. Build. Mater.* 284 (2021) 122787.
- [Aïtcin *et al.*, 1998] P.-C. AÏTCI, A. NEVILLE, P. ACKER, Les différents types de retrait du béton. *BULLETIN DES LABORATOIRES DES PONTS ET CHAUSSEES - 2 1 5 - MAI-JUIN 1998 - RÉF. 4184 - PP. 41-51.*
- [Aïtcin, 2008] P.C. Aïtcin, *Binders for durable and sustainable concrete, series of modern concrete technology* 16, 1st Edition, Taylor and Francis Group, 2008.
- [Al-Otaibi, 2002] S. Al-Otaibi, *Performance of alkali-activated slag concrete*, Department of Civil and Structural Engineering University of Sheffield, UK, Doctoral Thesis, 2002.
- [Autier, 2013] C. Autier, *Étude de l'adjuvantage de pâtes cimentaires par différentes polycarboxylates : la mésosstructure : un lien entre intersection organo-minérales et propriétés macroscopiques*, Thèse de Doctorat, Université de Montpellier II, 2013.
- [Bahmani et Mostofinejad, 2022] H. Bahmani, D. Mostofinejad, Microstructure of ultra-high-performance concrete (UHPC) – A review study, *Journal of Building Engineering* 50 (2022) 104118.
- [Ballim et Graham, 2009] Y. Ballim, P.C. Graham, The effects of supplementary cementing materials in modifying the heat of hydration of concrete, *Mater. Struct.* 42 (2009) 803–811.
- [Baroghel et Kheirbek, 2001] V. Baroghel-Bouny, A. Kheirbek, Effect of mix-parameters on autogenous deformations of cement pastes—microstructural interpretations, *Concr. Sci. Eng.* 3 (9) (2001) 23–38.
- [Bastien Masse, 2010] M. Bastien Masse, *Étude du comportement déformationnel des bétons de réparation*. Master thesis. Université de Montréal; 2010.
- [Bentur, 2000] A. Bentur, Early age shrinkage and cracking in cementitious systems. *Actes du congrès RILEM Shrinkage*. In: Baroghel-Bouny V et Aïtcin P-C (Ed. par). RILEM, Paris, pp 1–20, 2000.
- [Binici *et al.*, 2007] H. Binici, H. Temiz, M.M. Koşse, The effect of fineness on the properties of the blended cements incorporating ground granulated blast furnace slag and ground basaltic pumice, *Constr. Build. Mater.* 21 (2007) 1122–1128.
- [Bonneau *et al.*, 1997] O. Bonneau, M. Lachemi, E. Dallaire, J. Dugat, P.-C. Aïtcin, “Mechanical properties and durability of two industrial reactive powder concretes”. *ACI Mater. J.* 94, 1997.
- [Bonneau *et al.*, 2000] O. Bonneau, C. Vernet, M. Moranvill, P.C. Aïtcin, Characterization of the granular packing and percolation threshold of reactive powder concrete, *Cem. Concr. Res.* 30 (2000) 1861–1867.
- [Bouasker, 2007] M. Bouasker, *Etude numérique et expérimentale du retrait endogène au très jeune âge des pâtes de ciment avec et sans inclusion*, Thèse de doctorat, 2007.
- [Caixia *et al.*, 2018] L. Caixia, S. Zhilin, Y. Liqi, Z. Guorong, Study on autogenous shrinkage characteristic and mechanism of ultra-high performance cementitious composite. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* 324, 012037, 2018.
- [Chen, 2007] W. Chen, *Hydration of slag cement: Theory, modeling, and application*, University of Twente, The Netherlands, Doctoral Thesis, 2007.
- [Cherkaoui, 2010] K. Cherkaoui, *Caractérisation de la microstructure et comportement à court et long terme d'un Béton de Poudre réactive*, Université d'Evry, France, Doctoral Thesis, 2010.
- [Cheung et Leung, 2011] A.K. Cheung, C.K. Leung, Shrinkage reduction of high strength fiber reinforced cementitious composites (HSFRCC) with various water-to-binder ratios, *Cem. Concr. Compos.* 33 (6) (2011) 661–667.
- [Cheyrezy *et al.*, 1995] M. Cheyrezy, V. Maret, L. Frouin, Microstructural analysis of RPC (reactive powder concrete), *Cem. Concr. Res.* 25 (7) (1995) 1491–1500.
- [Cyr *et al.*, 2005] M. Cyr, P. Lawrence, E. Ringot, Mineral admixtures in mortars. Quantification of the physical effects of inert materials on short-term hydration, *Cem. Concr. Res.* 35 (2005) 719–730.
- [Darquennes *et al.*, 2011] A. Darquennes, S. Staquet, M.-P. Delplancke-Ogletree, B. Espion, Effect of autogenous deformation on the cracking risk of slag cement concretes, *Cem. Concr. Compos.* 33 (2011) 368–379.
- [Davis, 1940] H.E. Davis, Autogenous volume change of concrete, *Proc. ASTM* (1940) 1103–1110.

- [De Larrard et Sedran, 1994] F. De Larrard, T. Sedran, Optimization of ultra-high-performance concrete by the use of a packing model, *Cem. Concr. Res.* 24 (1994) 997–1009.
- [Eide et Hisda, 2012] M.B. Eide, J.-M. Hisda, L. Ultra High Performance Fibre Reinforced Concrete (UHPFRC) – State of the art, (2012).
- [Feylessoufi et al., 2001] A. Feylessoufi, F.C. Tenoudji, V. Morin, P. Richard, Early ages shrinkage mechanisms of ultra-high-performance cement-based materials, *Cem. Concr. Res.* 4 (11) (2001) 1573–1579.
- [Ghafari et al., 2015] E. Ghafari, H. Costa, E. Júlio, Critical review on eco-efficient ultra-high performance concrete enhanced with nano-materials, *Constr. Build. Mater.* 101 (2015) 201–208.
- [Ghafari et al., 2016] E. Ghafari, S.A. Ghahari, H. Costa, E. Júlio, A. Portugal, L. Durães, Effect of supplementary cementitious materials on autogenous shrinkage of ultra-high performance concrete, *Constr. Build. Mater.* 127 (2016) 43–48.
- [Gowripalan, 2020] N. Gowripalan, Autogenous Shrinkage of Concrete at Early Ages, in: Wang, C.M., Ho, J.C.M., Kitipornchai, S. (Eds.), *ACMSM25, Lecture Notes in Civil Engineering*, Springer Singapore, Singapore, (2020) 269–276.
- [Guillon, 2004] E. Guillon, Durabilité des matériaux cimentaires : modélisation de l'influence des équilibres physico-chimiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques résiduelles, École normale supérieure de Cachan - ENS Cachan, 2004.
- [Habel et al., 2006] K. Habel, M. Viviani, E. Denarié, E. Brühwiler, Development of the mechanical properties of an Ultra-High Performance Fiber Reinforced Concrete (UHPFRC), *Cem. Concr. Res.* 36 (2006) 1362–1370.
- [Han et al., 2015] F. Han, Z. Zhang, D. Wang, P. Yan, Hydration kinetics of composite binder containing slag at different temperatures, *J Therm Anal Calorim* 121 (2015) 815–827.
- [He et al., 2018] Z. He, S. Dua, D. Chenb, Microstructure of ultra high performance concrete containing lithium slag, *J. Hazard Mater.* 353 (2018) 35–43.
- [He et al., 2020] B. He, X. Zhu, Q. Ren, Z. Jiang, Effects of fibers on flexural strength of ultra-high-performance concrete subjected to cryogenic attack, *Constr. Build. Mater.* 265 (2020) 120323.
- [Holt, 2001] E. Holt, Early age autogenous shrinkage of concrete, Publication of the technical research centre of Finland, 2001.
- [Jensen et Hansen, 1996] O.M. Jensen, P.F. Hansen, Autogenous deformation and change of the relative humidity in silica fume-modified cement paste, *ACI Materials Journal*, 93, No. 6 (1996) 539–543.
- [Kim et al., 2011] H.S. Kim, J.W. Park, Y.J. An, J.S. Bae, C. Han, Activation of ground granulated blast furnace slag cement by calcined alunite", *Mater. Trans.* 52(2) (2011) 210–218.
- [Kim et al., 2016] H. Kim, T. Koh, S. Pyo, Enhancing flowability and sustainability of ultra-high performance concrete incorporating high replacement levels of industrial slags, *Constr. Build. Mater.* 123 (2016) 153–160.
- [Korpa et al., 2008] A. Korpa, T. Kowald, R. Trettin, Hydration behaviour, structure and morphology of hydration phases in advanced cement-based systems containing micro and nanoscale pozzolanic additives, *Cem. Concr. Res.* 38 (2008) 955–962.
- [Kosmatka et al., 2003] S.H. Kosmatka, B. Kerkhoff, W.C. Panarese, Design and Control of Concrete Mixtures, Portland Cement Association, 14th Edition, 2003.
- [Lang et al., 2019] W. Lang, Z. Liping, T. Jian, Hydration Kinetics Model of Slag blended Cement System. 4th International Conference on Energy Equipment Science and Engineering. IOP Conf. Series: Earth and Environmental Science 242 (2019) 062074.
- [Lee et al., 2006] K.M. Lee, H.K. Lee, S.H. Lee, G.Y. Kim, Autogenous shrinkage of concrete containing granulated blast-furnace slag, *Cem. Concr. Res.* 36 (2006) 1279–1285.
- [Li et al., 2010] Y. Li, J. Bao, Y. Guo, The relationship between autogenous shrinkage and pore structure of cement paste with mineral admixtures, *Constr. Build. Mater.* 24 (10) (2010) 1855–60.
- [Li et al., 2017] P.P. Li, Q.L. Yu, H.J.H. Brouwers, Effect of PCE-type superplasticizer on early-age behaviour of ultra-high performance concrete (UHPC), *Constr. Build. Mater.* 153 (2017) 740–750.
- [Li et al., 2020] S. Li, S. Cheng, L. Mo, M. Deng, Effects of steel slag powder and expansive agent on the properties of ultra-high performance concrete (UHPC): Based on a case study. *Materials* 2020, 13, 683.
- [Li et al., 2021] G. Li, H. Tan, J. Zhang, X. Deng, X. Liu, Z. Luo, Ground granulated blast furnace slag/fly ash blends activated by sodium carbonate at ambient temperature, *Constr. Build. Mater.* 291 (2021) 123378.
- [Liu et al., 2018] Z. Liu, S. El-Tawil, W. Hansen, F. Wang, Effect of slag cement on the properties of ultra-high performance concrete. *Constr. Build. Mater.* 190 (2018) 830–837.
- [Liu et Guo, 2019] J. Liu, R. Guo, The microstructures of hardened composite binders containing steel slag and GGBS at 10 years, *Constr. Build. Mater.* 225 (2019) 1152–1159.
- [Liu et Hansen, 2016] Z. Liu, W. Hansen, Aggregate and slag cement effects on autogenous shrinkage in cementitious materials. *Constr. Build. Mater.* 121 (2016) 429–436.
- [Long et al., 2005] G.C. Long, Y.J. Xie, P.M. Wang, Z.W. Jiang, Properties and micro/mecrostructure of reactive powder concrete, *J. Chin. Ceram. Soc.* 4 (2005) 456–461.

- [Long, 2003] G.C. Long, The composites, structures, and properties of reactive powder concrete, Ph.D. Thesis, Tongji University, China, 2003.
- [Loukili *et al.*, 1999] A. Loukili, A. Khelidj, P. Richard, Hydration kinetics, change of relative humidity, and autogenous shrinkage of ultra-high-strength concrete, *Cem. Concr. Res.* 29 (1999) 577–584.
- [Loukili, 1996] A. Loukili, Etude du retrait et du fluage de Bétons à Ultra-Hautes Performances, E.C. Nantes, Thèse de Doctorat, 155 p., Nantes, France, 1996.
- [Lura *et al.*, 2009] P. Lura, O.M. Jensen, J. Weiss, Cracking in cement paste induced by autogenous shrinkage, *Mater. Struct.* 42 (8) (2009) 1089–1099.
- [Matte et Moranville, 1999] V. Matte, M. Moranville, Durability of reactive powder composites: influence of silica fume on the leaching properties of very low water/binder pastes, *Cem. Concr. Compos.* 21 (1) (1999) 1–9.
- [Merlini *et al.*, 2008] M. Merlini, G. Artioli, T. Cerulli, F. Cella, A. Bravo, Tricalcium aluminate hydration in additivated systems. A crystallographic study by SR-XRPD", *Cement and Concrete Research*, X (9) (2008) 477–486.
- [Merzouki *et al.*, 2013] T. Merzouki, M. Bouasker, N. Khalifa, P. Mounanga, Contribution to the modeling of hydration and chemical shrinkage of slag-blended cement at early age, *Constr. Build. Mater.* 44 (2013) 368–380.
- [Metha, 1986] P. K. Metha, Concrete structure, properties and materials, Prentice Hall Inc, 1986.
- [Mikhailova *et al.*, 2019] O. Mikhailova, A. del Campo, P. Rovnanik, J.F. Fern´andez, M. Torres-Carrasco, In situ characterization of main reaction products in alkali-activated slag materials by confocal Raman microscopy, *Cem. Concr. Compos.* 99 (2019) 32–39.
- [Molloh *et al.*, 2000] M.Y.A. Mollah, W.J. Adams, R. Schennach, D.L. Cocke, A review of cementsuperplasticizer interactions and their models", *Advances in Cement Research*, 12 (4) (2000) 153–161.
- [Morin *et al.*, 2002] V. Morin, F. Cohen-Tenoudji, A. Feylessoufi, P. Richard, Evolution of the capillary network in a reactive powder concrete during hydration process, *Cem. Concr. Res.* (12) (2002) 1907–1914.
- [Mounanga *et al.*, 2011] P. Mounanga, M.I.A. Khokhar, R. El Hachem, A. Loukili, Improvement of the early-age reactivity of fly ash and blast furnace slag cementitious systems using limestone filler, *Mater. Struct.* 44 (2011) 437–453.
- [Mounanga *et al.*, 2012] P. Mounanga, K. Cherkaoui, A. Khelidj, M. Courtial, M.-N. de Noirfontaine, F. Dunstetter, Extrudable reactive powder concretes hydration, shrinkage and transfer properties, *Eur. J. Environ. Civ. Eng.* 16 (2012) 99–114.
- [Neville, 2000] A. M. Neville, Propriétés des bétons, édition Eyrolles, 824 pages, 2000.
- [Newman et Choo, 2003] J. Newman, B.S. Choo, Advanced concrete technology-constituent material, Series of modern concrete technology 16, 1st Edition, Elsevier Ltd, 2003.
- [Park *et al.*, 2021] S. Park, S. Wu, Z. Liu, S. Pyo, The Role of Supplementary Cementitious Materials (SCMs) in Ultra High Performance Concrete (UHPC): A Review, *Materials* 14 (2021) 1406–1472.
- [Pyo et Kim, 2017] S. Pyo, H.-K. Kim, Fresh and hardened properties of ultra-high performance concrete incorporating coal bottom ash and slag powder, *Constr. Build. Mater.* 131 (2017) 459–466.
- [Qasim, 2018] O.A. Qasim, Experimental investigation on autogenous shrinkage of high and ultra-high strength concrete. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* 454 (2018) 012067.
- [Quercia *et al.*, 2012] G. Quercia, G. Hüsken, H.J.H. Brouwers, Water demand of amorphous nano silica and its impact on the workability of cement paste, *Cem. Concr. Res.* 42 (2012) 344–357.
- [Regourd *et al.*, 1977] M. Regourd, H. Hornain, B. Mortueux, Résistance à l'eau de mer des ciments au laitier, *Silicates Industriels*, ZS (1977) 19–27.
- [Regourd *et al.*, 1983] M. Regourd, J.H. Thomassin, P. Baillif, J.C. Touray, Blast-furnace slag hydration. Surface analysis. *Cem. Concr. Res.* 13 (1983) 549–556.
- [Richard et Cheyrezy, 1995] P. Richard, M. Cheyrezy, Composition of reactive powder concretes, *Cem. Concr. Res.* 25 (7) (1995) 1501–1511.
- [Richardson et Groves, 1992] I.G. Richardson, G.W. Groves, Microstructure and microanalysis of hardened cement pastes involving ground granulated blast-furnace slag. *Journal of Materials Science*, 27 (1992) 6204–6212.
- [Rossi *et al.*, 2005] P. Rossi, A. Arca, E. Parant, P. Fakhri, Bending and compressive behaviors of a new cement composite, *Cem. Concr. Res.* 33 (2005) 27–33.
- [Sajedi et Abdul Razak, 2010] F. Sajedi, H. Abdul Razak, The effect of chemical activators on early strength of ordinary Portland cement-slag mortars. *Constr. Build. Mater.* 24 (2010) 1944–1951.
- [Shen *et al.*, 2018] P. Shen, L. Lu, Y. He, M. Rao, Z. Fu, F. Wang, S. Hu, Experimental investigation on the autogenous shrinkage of steam cured ultra-high performance concrete, *Constr. Build. Mater.* 162 (2018) 512–522.
- [Stutzman, 2001] P. E. Stutzman, Scanning electron microscopy in concrete petrography, *Materials Science of Concrete Special Volume: Calcium Hydroxide in Concrete (Workshop on the Role of Calcium Hydroxide in Concrete)*, Anna Maria Island, Florida, (2001) 59–72.

- [Sun *et al.*, 2022] M. Sun, T. Bennett, P. Visintin, Plastic and early-age shrinkage of ultra-high performance concrete (UHPC): Experimental study of the effect of water to binder ratios, silica fume dosages under controlled curing conditions, *Case Studies in Construction Materials* 16 (2022) e00948.
- [Tazawa *et al.*, 1993] E. Tazawa, S. Miyazawa, Autogenous shrinkage of concrete and its importance in concrete technology, in: *Proc. of the Fifth International RILEM Symposium on Creep and Shrinkage of Concrete*, (1993) 159-159.
- [Tazawa *et al.*, 1997] E. Tazawa, S. Miyazawa, Influence of constituents and composition on autogenous shrinkage of cementitious materials, *Mag. Concr. Res.* 49 (178) (1997) 15-22.
- [TS 25, 1975] TS 25, Trass, Turkish Standards Institute, Turkey [in Turkish], 1975.
- [Wang *et al.*, 2012] C. Wang, C.H. Yang, F. Liu, C.J. Wan, X.C. Pu, Preparation of ultra-high performance concrete with common technology and materials, *Cem. Concr. Compos.* 34 (2012) 538-544.
- [Wang *et al.*, 2015] D. Wang, C. Shi, Z. Wu, J. Xiao, Z. Huang, Z. Fang, A review on ultra high performance concrete: Part II. Hydration, microstructure and properties, *Constr. Build. Mater.* 96 (2015) 368-377.
- [Way *et al.*, 2015] R.T. Way, K. Wille, Effect of heat-induced chemical degradation on the residual mechanical properties of ultra-high-performance fiber-reinforced concrete, *J. Mater. Civ. Eng.* 28 (4) (2015), 04015164.
- [Xi *et al.*, 2022] J. Xi, J. Liu, K. Yang, S. Zhang, F. Han, J. Sha, X. Zheng, Role of silica fume on hydration and strength development of ultra-high performance concrete, *Constr. Build. Mater.* 338 (2022) 127600.
- [Yalçinkaya *et al.*, 2021] Ç. Yalçinkaya, O. Çopuroğlu, Hydration heat, strength and microstructure characteristics of UHPC containing blast furnace slag, *Journal of Building Engineering* 34 (2021) 101915.
- [Yalçinkaya *et al.*, 2017] Ç. Yalçinkaya, H. Yazıcı, Effects of ambient temperature and relative humidity on early-age shrinkage of UHPC with high-volume mineral admixtures, *Constr. Build. Mater.* 144 (2017) 252-259.
- [Yang *et al.*, 2019 (b)] R. Yang, R. Yu, Z. Shui, X. Gao, X. Xiao, X. Zhang, Y. Wang, Y. He, Low carbon design of an Ultra-High Performance Concrete (UHPC) incorporating phosphorous slag, *J. Clean. Prod.* 240 (2019) 118157.
- [Yazıcı *et al.*, 2010] H. Yazıcı, M.Y. Yardımcı, H. Yiğiter, S. Aydın, S. Türkel, Mechanical properties of reactive powder concrete containing high volumes of ground granulated blast furnace slag, *Cement Concr. Compos.* 32 (2010) 639-648.
- [Yoo *et al.*, 2013] D.-Y. Yoo, J.-J. Park, S.-W. Kim, Y.-S. Yoon, Early age setting, shrinkage and tensile characteristics of ultra high performance fiber reinforced concrete, *Constr. Build. Mater.* 41 (2013) 427-438.
- [Yu *et al.*, 2015] R. Yu, P. Spiesz, H.J.H. Brouwers, Development of an eco-friendly Ultra-High Performance Concrete (UHPC) with efficient cement and mineral admixtures uses, *Cem. Concr. Compos.* 55 (2015) 383-394.
- [Zanni *et al.*, 1996] H. Zanni, M. Cheyrezy, V. Maret, S. Philippot, P. Nieto, Investigation of Hydration and Pozzolanic Reaction in Reactive Powder Concrete (RPC) Using ²⁹Si NMR, *Cem. Concr. Res.* 26 (1996) 93-100.
- [Zelić *et al.*, 2000] J. Zelić, D. Rušić, D. Veža, R. Krstulović, The role of silica fume in the kinetics and mechanisms during the early stage of cement hydration, *Cem. Concr. Res.* 30 (2000), 1655-1662.
- [Zenati *et al.*, 2019] A. ZENATI, M. TAHLAITI, A. KHELIDJ, M.N. OUDJIT, Hydration, Shrinkages and Mechanical Properties of Ultra High Performance Concrete Containing Blast Furnace Slag and Algerian Dune Sand, *International Journal of Engineering Research in Africa*, 42 (2019) 86-99.
- [Zhang *et al.*, 2003] M.H. Zhang, C.T. Tam, M.P. Leow, Effect of water-to-cementitious materials ratio and silica fume on the autogenous shrinkage of concrete, *Cem. Concr. Res.* 33 (2003) 1687-1694.
- [Zhang *et al.*, 1991] M.-H. Zhang, O.E. Gjörv, Effect of silica fume on pore structure and chloride diffusivity of low porosity cement pastes, *Cem. Concr. Res.* 21 (6) (1991) 1006-1014.
- [Zhang *et al.*, 2015] Y. Zhang, X. Kong, Correlations of the dispersing capability of NSF and PCE types of superplasticizer and their impacts on cement hydration with the adsorption in fresh cement pastes, *Cem. Concr. Res.* 69 (2015) 1-9.
- [Zhou *et al.*, 2022] Y. Zhou, S. Pu, F. Han, H. Zhang, Z. Zhang, Effect of ultrafine slag on hydration heat and rheology properties of Portland cement paste, *Powder Technology* 405 (2022) 117549.

DEUXIÈME PARTIE : PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

La deuxième partie de cette recherche est dédiée à l'étude expérimentale du comportement des BUHP, à l'état frais et durci, fabriqués avec des liants, en combinant du ciment Portland, du laitier de haut fourneau, du quartz broyé et de la fumée de silice. Elle comporte quatre chapitres. Le premier est consacré à la présentation des matériaux utilisés (le ciment Portland (CP), le sable de quartz (SQ), la fumée de silice (FS), le quartz concassé (QC), le laitier de haut fourneau (LHF) et le superplastifiant (SP)), notamment, le choix de ces matériaux et leurs propriétés physico-chimiques ainsi que les différentes formulations étudiées. Ensuite une description détaillée des différents dispositifs et protocoles expérimentaux adoptés est présentée. Le deuxième chapitre de cette partie est destiné à la présentation et l'analyse des résultats expérimentaux qui concernent principalement l'influence du laitier (dosage et finesse) sur les propriétés au jeune âge du BUHP ; l'étalement au mini-cône, les courbes de dégagement de chaleur de réaction déterminées par micro-calorimétrie isotherme, le temps de prise, et enfin la variation du retrait chimique et endogène. Dans le troisième chapitre, les résultats des performances mécaniques sont présentés et discutés. Pour bien comprendre l'effet combiné du dosage et finesse du laitier sur les propriétés à l'état durci, un suivi de l'hydratation par la méthode semi-adiabatique a été réalisé sur les différents mélanges étudiés. En parallèle, les résultats des analyses thermogravimétriques seront fournis. La dernière partie de ce chapitre est consacrée à l'analyse environnementale (empreinte carbone) et économique des BUHP. Les propriétés de la microstructure et de durabilité des BUHP sont présentées dans le dernier chapitre de ce manuscrit.

SOMMAIRE

Chapitre 3 : Matériaux et procédures expérimentales

Chapitre 4 : Propriétés au jeune âge des BUHP

Chapitre 5 : Propriétés mécaniques, empreinte carbone et coût des BUHP

Chapitre 6 : Microstructure et durabilité des BUHP

DEUXÈME PARTIE : PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

Chapitre 3 :

**MATÉRIAUX ET PROCÉDURES
EXPÉRIMENTALES**

Table des matières

DEUXÈME PARTIE : PROGRAMME EXPÉRIMENTAL	97
<i>Chapitre 3 : Matériaux et procédures expérimentales</i>	100
3.1. Introduction.....	100
3.2. Sélection des matières premières	102
3.2.1. Ciment	102
3.2.2. Additions	103
3.2.3. Sable de quartz (SQ)	104
3.2.4. Eau (E) et superplastifiant (SP)	104
3.3. Mise au point des formulations.....	105
3.3.1. Composition des formulations.....	105
3.3.2. Séquence de malaxage	108
3.3.3. Confection et conditions de conservation des éprouvettes	109
3.4. Méthodes d'essais	111
3.4.1. Maniabilité	111
3.4.2. Chaleur d'hydratation.....	112
3.4.2.1. Micro-calorimétrie isotherme.....	112
3.4.2.2. Calorimétrie semi-adiabatique.....	113
3.4.3. Temps de prise Vicat.....	113
3.4.4. Mesure du retrait au jeune âge	114
3.4.4.1. Retrait chimique	114
3.4.4.2. Retrait endogène.....	115
3.4.5. Essais mécaniques	115
3.4.5.1. Résistance à la compression.....	115
3.4.5.2. Résistance à la traction par fendage	116
3.4.6. Caractérisation de la microstructure	116
3.4.6.1. Analyse thermogravimétrique (ATG)	116
3.4.6.2. Diffraction aux rayons X (DRX)	118
3.4.6.3. Observations microscopiques.....	119
3.4.6.4. Porosité par intrusion de mercure (PIM)	120
3.4.7. Propriétés de durabilité.....	121
3.4.7.1. Préparation des échantillons.....	121
3.4.7.2. Porosité accessible à l'eau	121
3.4.7.3. Carbonatation accélérée	122
3.4.7.4. Diffusion des ions chlore	123
3.5. Conclusion	124
Références.....	125

Liste des figures

Figure 3.1 : Programme expérimental de l'étude.	101
Figure 3.2 : Diffractogramme du ciment avec identification des phases courantes.	103
Figure 3.3 : Diffractogramme de la FS et des laitiers utilisés.	104
Figure 3.4 : Le superplastifiant utilisé (Sika Viscocrete Krono-20 HE).	105
Figure 3.5 : Représentation volumique des formulations étudiées.....	107
Figure 3.6 : Procédure de malaxage pour la préparation des pâtes.	108
Figure 3.7 : Malaxeur Eirich utilisé.	109
Figure 3.8 : Procédure de malaxage pour la préparation des mélanges BUHP.	109
Figure 3.9 : Les moules utilisés pour les essais de (a) compression, (b) fendage et (c) durabilité.	110

Figure 3.10 : Eprouvettes enveloppées d'un film alimentaire puis emballées dans des sacs en plastique.	110
Figure 3.11 : Essai d'étalement au mini cône d'Abrams.	111
Figure 3.12 : Essai d'étalement du mélange témoin.	112
Figure 3.13 : Microcalorimètre isotherme à 8 puits.	112
Figure 3.14 : Calorimètre semi-adiabatique pour l'hydratation du BUHP.	113
Figure 3.15 : Essai de prise Vicat.	114
Figure 3.16 : Dispositif de mesure de retrait (chimique et endogène).	115
Figure 3.17 : Essai de résistance en compression.	116
Figure 3.18 : Essai de fendage sur des éprouvettes de BUHP.	116
Figure 3.19 : Analyseur thermogravimétrique.	117
Figure 3.20 : Courbes d'analyse thermique de Ref _{SF} à 90 jours.	118
Figure 3.21 : Diffractomètre Bruker D8 Advance utilisé pour les analyses DRX.	118
Figure 3.22 : Choix de formules pour les observations MEB.	119
Figure 3.23 : Exemple d'image avec analyse EDX obtenue sur un échantillon de SL1-30 _{SL2}	120
Figure 3.24 : Porosimètre à mercure type Autopore IV.	120
Figure 3.25 : Echantillons pour les essais de durabilité.	121
Figure 3.26 : (a) Saturation de l'échantillon (b) Pesée hydrostatique.	122
Figure 3.27 : (a) Chambre de carbonatation (b) échantillons utilisés pour le test de carbonatation accélérée. ..	123
Figure 3.28 : Essai de diffusion des ions chlorure.	124

Liste des tableaux

Tableau 3.1 : Compositions chimiques des matériaux utilisés (%).	102
Tableau 3.2 : Caractéristiques physiques des matières premières (d'après les fiches techniques).	102
Tableau 3.3 : Composition de Bogue du ciment (fiche technique).	102
Tableau 3.4 : Caractéristiques du superplastifiant utilisé (Sika Viscocrete Krono 20 HE).	105
Tableau 3.5 : Composition massique (%) des pâtes étudiées.	105
Tableau 3.6 : Substitutions partielles du ciment par le LHF dans les différents mélanges.	107
Tableau 3.7 : Composition des mélanges retenus.	108

Chapitre 3 : Matériaux et procédures expérimentales

Le présent chapitre est consacré à l'évolution du comportement des BUHP à base de LHF. Dans ce chapitre, nous présentons les matériaux utilisés et les différentes méthodes de caractérisation utilisées dans le cadre de ce travail.

3.1. Introduction

Obtenir la composition adéquate du mélange BUHP s'avère un facteur primordial pour répondre aux différentes exigences (techniques, économiques, écologiques, etc.). La production de ce composite consiste non seulement à déterminer les proportions relatives des composants caractérisés par différentes tailles de grains, mais aussi à les choisir de manière appropriée en termes de propriétés physiques et chimiques afin de bien contrôler la qualité du mélange. Ainsi la sélection judicieuse des matières premières est très importante pour atteindre les performances visées.

La mesure des déformations endogènes des BUHP au jeune âge demeure un sujet complexe, compte tenu de l'évolution physico-chimique et thermique de la matrice cimentaire en cours d'hydratation. Actuellement, il n'existe pas de méthodes normalisées de mesure des déformations endogènes au très jeune âge. Les BUHP sont très sensibles à la fissuration précoce. Ils sont sujets, dès les premières heures qui suivent leur fabrication, en l'absence de chargement, à d'importantes variations de volume. Une grande partie des déformations endogènes se développe alors pendant les premières heures d'hydratation. En effet, au terme des premières 24 h, la déformation endogène libre des pâtes de ciment Portland peut atteindre plus de 40 % [Baroghel-Bouny et Kheirbek, 2001], voire, pour certains bétons à hautes performances, plus de 80 % de la déformation mesurée après un an, sur des éprouvettes protégées du séchage [Lee *et al.*, 2003]. Il est donc d'une grande importance de se focaliser sur les premiers jours, voire les premières heures de l'hydratation afin de mieux appréhender les mécanismes à l'origine de ces déformations.

Dans ce chapitre, nous présentons les matériaux utilisés, les différentes formulations étudiées, la méthode de préparation des échantillons et les différents essais permettant d'étudier le comportement à court et long termes des BUHP à base de LHF. Les modifications apportées aux dispositifs de mesure des déformations endogènes et des indicateurs de durabilité sont également présentées. Afin de bien comprendre le comportement des BUHP à base de laitier, une campagne préliminaire sur des pâtes de ciment et de laitier a été menée. Le programme expérimental est détaillé sur la **Figure 3.1**.

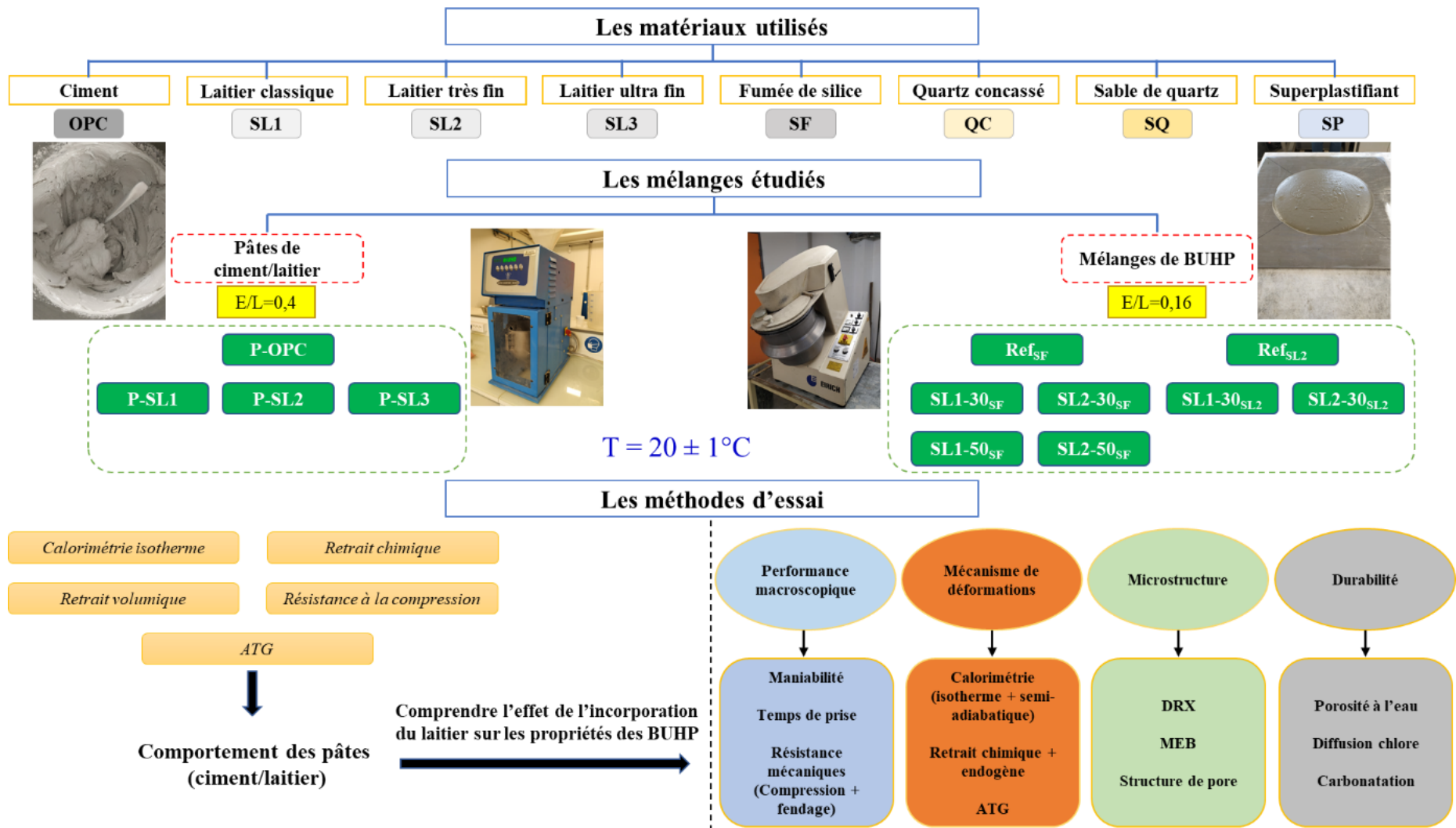


Figure 3.1 : Programme expérimental de l'étude.

3.2. Sélection des matières premières

Il est évident que la sélection judicieuse des matériaux, utilisés dans la formulation d'un béton, joue un rôle déterminant sur ses performances ultérieures. En effet, les propriétés essentielles du béton sont fortement influencées par les caractéristiques et la proportion de ses composants, ainsi que le protocole d'élaboration suivi. Cette section décrit le choix des constituants utilisés pour la formulation des pâtes et des mélanges BUHP de notre étude. Il est à rappeler ici que des matériaux d'origine locale (France), à l'exception du laitier très fin (SL2), sont privilégiés afin de réduire le coût de transport. En plus de la composition chimique délivrée par les fournisseurs, nous avons caractérisé les matières premières par fluorescence X (FRX). Le **Tableau 3.1** liste les résultats de cette caractérisation. Le **Tableau 3.2** résume les propriétés physiques fournies par les fiches techniques (données en annexe). En outre, une analyse par diffractométrie des rayons X (DRX) a été effectuée pour la composition des phases du ciment, de la fumée de silice et des trois laitiers utilisés.

3.2.1.Ciment

Le ciment Portland utilisé dans cette étude est un ciment référencé CEM I 52,5 N - SR 5 CE PM-CP2 NF de l'usine du Teil commercialisé par Holcim. Ce ciment contient 97 % de clinker et 2,5 % de gypse. Les fractions massiques des principales phases déterminées par la méthode de Bogue sont énumérées dans le **Tableau 3.3**. Ce ciment a été utilisé pour l'étude des pâtes et des BUHP.

Tableau 3.1 : Compositions chimiques des matériaux utilisés (%).

Matériaux	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	MnO	SrO
CEM I	27,67	3,00	2,27	63,93	0,73	1,70	0,10	0,09	0,14	0,06	0,08	0,15
SL1	36,61	11,19	0,44	42,34	7,50	1,56	0,36	0,42	0,72	0,00	0,16	0,07
SL2	36,72	10,08	0,43	44,04	7,96	0,51	0,28	0,46	0,66	0,01	0,15	0,09
SL3	37,19	10,33	0,64	42,93	6,78	1,80	0,25	0,34	0,67	0,00	0,18	0,06
SF	98,63	0,17	0,06	0,34	0,22	0,06	0,01	0,24	0,00	0,01	0,01	0,00
QC	99,61	0,13	0,09	0,16	0,07	0,07	0,00	0,05	0,02	0,01	0,01	0,00
SQ	98,78	0,33	0,04	0,02	0,00	0,06	0,05	0,24	0,01	0,00	0,00	0,01

Tableau 3.2 : Caractéristiques physiques des matières premières (d'après les fiches techniques).

Propriété physique	CEM I	SL1	SL2	SL3	SF	QC	SQ
Surface spécifique (cm ² /g)	3630	4200	7000	15768	250000	10435	124
	(Blaine)	(Blaine)	(Blaine)	(Blaine)	(BET)	(Blaine)	(Blaine)
Masse volumique (g/cm ³)	3,17	2,90	2,90	2,76	2,24	2,65	2,65
d50 (µm)	-	11,00	5,00	3,10	-	6,00	248,00

Tableau 3.3 : Composition de Bogue du ciment (fiche technique).

Phases du ciment	C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF	Gypse
% (masse)	67	17	4	7	2,5

La composition potentielle en phases du ciment, obtenue par la méthode directe (analyse DRX), est illustrée sur la **Figure 3.2**. Le diffractogramme d'identification confirme que le ciment utilisé contient les quatre phases courantes (C₃S, C₂S, C₃A et C₄AF).

Ce type de ciment a été choisi pour répondre aux exigences suivantes :

- Ciment résistant à l'attaque sulfatique

Ce critère a orienté vers la sélection de ciments résistants dans les environnements agressifs contenant des chlorures, des sulfates ..., d'où le choix de la classe de résistance PM-CP2.

- Ciment de classe de résistance permettant la réalisation des BUHP

Le CEM I 52,5 est un ciment permettant la confection de produits BUHP. De plus, ce type possède une finesse assez importante assurant une bonne compacité. Le CEM I 52,5 répond bien entendu au critère de résistance.

- Ciment à faible teneur en alcalins

Ce dernier critère a une relation directe avec le choix des granulats afin de limiter le risque de déclenchement de la réaction alcali-granulats.

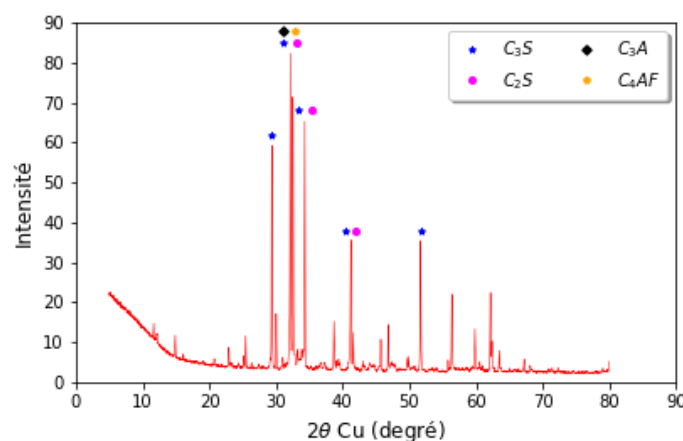


Figure 3.2 : Diffractogramme du ciment avec identification des phases courantes.

Il est important de signaler que les BUHP sont des composites à très faible teneur en eau. Par conséquent, le comportement rhéologique de ces matériaux dépend fortement de la réactivité du ciment utilisé. Nous avons déjà mentionné dans la partie bibliographique que, du point de vue de la composition chimique et de la rhéologie, les ciments à faible teneur en C₃A et à faible surface spécifique donnent les meilleurs résultats. Ceci est dû au fait qu'ils ont un besoin en eau plus faible [Ahmed *et al.*, 2021]. Il convient de noter que le choix du type de ciment Portland est précis en raison de ses performances mécaniques très élevées ainsi que de sa grande résistance aux agressions.

3.2.2. Additions

Dans la présente recherche, trois types d'additions minérales ont été envisagés : la fumée de silice (FS), le laitier de haut fourneau (LHF) avec trois finesses différentes (SL1, SL2 et SL3) et le quartz concassé (QC).

La FS utilisée dans ce projet de recherche est une poudre ultrafine claire densifiée, produite par l'entreprise Condensil sous le nom S95 B DM. Le diffractogramme de la FS est présenté sur la **Figure 3.3**. L'analyse DRX montre la présence d'une phase majeure amorphe et pure. L'incorporation de cette addition, caractérisée par une forte teneur en silice (98 %) et un faible dosage en alcalins, dans les BUHP leur procure des résistances mécaniques élevées.

Le laitier granulé de haut fourneau moulu est un laitier disponible dans le commerce. Il est fourni par l'entreprise ECOCEM. Trois laitiers de différentes finesses ont été utilisés au cours de cette étude. Seuls le SL1 (laitier classique) et le SL2 (laitier très fin) ont été considérés dans la formulation du BUHP pour réduire son empreinte CO₂. Le SL3 (laitier ultrafin) n'a été exploré que pour remplacer totalement le ciment afin d'évaluer le comportement des pâtes à base de laitier. La **Figure 3.3** présente les

diffractogrammes de divers laitiers employés. Comme l'indique clairement la **Figure 3.3**, ces produits sont parfaitement amorphes. Les pics fins observés sont dus à quelques impuretés.

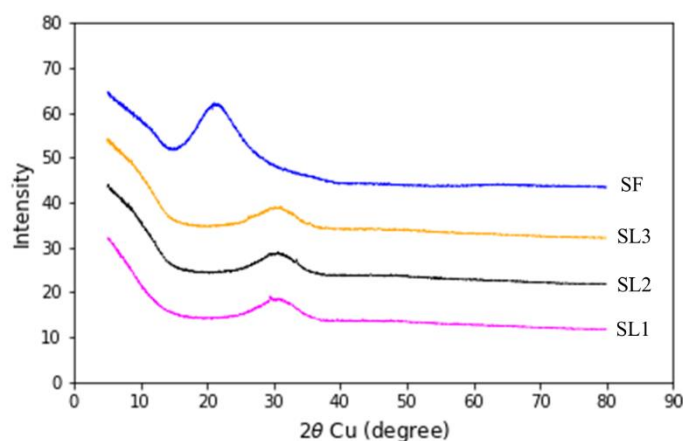


Figure 3.3 : Diffractogramme de la FS et des laitiers utilisés.

Le quartz concassé (QC), utilisé dans nos travaux de recherche en substitution partielle de la FS, provient de SIBELCO et est commercialisé sous le nom de C500 (0 - 20 μm). La fluorescence X valide bien la présence majoritaire de quartz bien cristallisé.

3.2.3.Sable de quartz (SQ)

De nombreux chercheurs, tel que Richard et Cheyrezy [Richard et Cheyrezy, 1995], préconisent un sable siliceux fin ($< 600 \mu\text{m}$) pour la confection des BUHP. Le sable utilisé pour tous les mélanges du BUHP de cette recherche est un sable de quartz local (0 - 500 μm). Il représente le plus gros granulat du matériau fabriqué. Ce composant, contenant plus de 98 % de SiO_2 , est un sable référencé CV32 du centre de production de Crépy commercialisé par SIBELCO. Il est à noter que grâce à sa faible finesse et sa forme parfaitement sphérique, l'utilisation de ce type de sable peut être plus bénéfique pour les performances à l'état frais du BUHP, car le BUHP est conçu avec un rapport E/L très faible, généralement inférieur à 0,2.

3.2.4.Eau (E) et superplastifiant (SP)

L'eau utilisée pour la préparation de tous les mélanges, produits au cours de cette étude, est issue du robinet du laboratoire, qui provient du réseau de la ville de Sourdun. Aucune analyse n'a été effectuée et l'eau est supposée potable et ne contenant aucune impureté nuisible. Elle a été maintenue à une température de $20 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ (salle climatisée) dans un fût.

Il est à noter que l'amélioration des propriétés de résistance et de durabilité des matériaux à matrice cimentaire nécessite, en particulier, une réduction significative de la quantité d'eau de gâchage. Cette réduction du rapport E/C fait recours à des adjuvants macromoléculaires ; les superplastifiants qui enrobent les grains et s'opposent à la floculation. On peut alors non seulement réduire largement la quantité d'eau, mais même dans les bétons les plus récents (BUHP) accroître énormément l'ouvrabilité.

Sur la base des résultats de l'étude réalisée par Abdulkareem *et al.* [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)], le même type de superplastifiant à base de polycarboxylate a été utilisé dans notre recherche (**Figure 3.4**). Il s'agit d'un agent haut réducteur d'eau de nouvelle génération pour l'industrie de la préfabrication. Cet adjuvant, sous sa forme liquide, est disponible dans le commerce sous le nom de Sika Viscocrete Krono-20 HE, avec une teneur en solides de 41 % (extrait sec). Les propriétés de superplastifiant sont reportées

dans le **Tableau 3.4**. Sa fiche technique est donnée en annexe. Le dosage en SP sera donné en masse et exprimé en pourcentage de la masse de ciment.

Tableau 3.4 : Caractéristiques du superplastifiant utilisé (Sika Viscocrete Krono 20 HE).

Type	Forme	Couleur	Densité	Extrait sec (%)	Teneur en chlore (%)
Sika Viscocrete Krono-20 HE	Liquide	Jaune	1,085	41	< 0,1



Figure 3.4 : Le superplastifiant utilisé (Sika Viscocrete Krono-20 HE).

3.3. Mise au point des formulations

Il est évident que les propriétés des bétons dépendent largement de la nature et de la proportion des constituants utilisés, ainsi que du protocole d'élaboration suivi. Cette partie du mémoire présente la mise au point des formulations étudiées dans nos travaux de recherche.

3.3.1. Composition des formulations

Afin de mieux comprendre le comportement des BUHP à base de laitier, il nous semble intéressant d'étudier l'effet du remplacement total du ciment par du laitier sur certaines propriétés des pâtes (hydratation, retrait chimique, retrait endogène, ATG et résistance à la compression). Il s'agirait également de mettre en évidence le caractère hydraulique latent du laitier. Pour cette raison, quatre pâtes composées de ciment Portland (P-OPC), de laitier classique (P-SL1), de laitier très fin (P-SL2) et de laitier ultrafin (P-SL3) ont été préparées avec le même rapport massique Eau/Liant ($E/L = 0,4$).

Le travail expérimental est réalisé en deux phases. Dans un premier temps, les différentes pâtes étudiées sont présentées, suivies de la mise au point de formulations de BUHP.

✓ Pâtes

La composition des différentes pâtes étudiées est précisée dans le **Tableau 3.5**. Le rapport E/L est maintenu constant pour l'ensemble des formulations sélectionnées. Il est difficile de formuler des pâtes contenant des particules très fines avec une faible teneur en eau, d'où le choix de travailler avec un rapport E/L de 0,4 pour faciliter la mise en place.

Tableau 3.5 : Composition massique (%) des pâtes étudiées.

Libellés	Liants (%)				E/L
	CEM I 52.5 N	SL1	SL2	SL3	
P-OPC	100	0	0	0	0,4
P-SL1	0	100	0	0	0,4
P-SL2	0	0	100	0	0,4
P-SL3	0	0	0	100	0,4

✓ BUHP

Dans ce travail de thèse, nous examinons la possibilité de réduire l'empreinte carbone du BUHP, en réduisant son dosage en ciment, tout en considérant son coût et ses propriétés au jeune âge. L'objectif de cette deuxième partie est d'optimiser la composition du BUHP pour répondre à différentes exigences techniques et environnementales. Le matériau doit avoir un comportement essentiellement autoplaçant (pour faciliter et assurer une bonne mise en œuvre) et être capable de présenter des performances mécaniques nettement améliorées ainsi que des propriétés de durabilité accrues. Il convient de noter qu'il n'existe pas de méthode générale de formulation pour les BUHP et que la plupart des formules de ces bétons sont actuellement conçues de manière expérimentale. Dans la plupart des cas dans la littérature, pour la conception des mélanges de BUHP, les quantités d'additions minérales sont données directement, sans explications détaillées ou support théorique. La méthode de Dreux et Festa [Dreux et Festa, 1998] n'est pas applicable à ces matériaux en raison de l'étendue granulaire très proche. Cette méthode, pour la formulation d'un béton ordinaire, n'est en effet pas adaptée, car elle ne prend en compte les adjuvants, ni les ajouts. La formulation est donc basée sur l'expérience acquise ces dernières années.

Le mélange du BUHP a été formulé à l'origine par Richard et Cheyrezy [Richard et Cheyrezy, 1995]. Ce composite cimentaire a été amélioré par [Mounanga *et al.*, 2012 ; Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)] en tenant compte de la disponibilité des matériaux et a été optimisé, dans cette étude, avec la réduction de la teneur en FS. L'objectif de l'utilisation de la fumée de silice en faibles quantités est de réduire les coûts de production, de réduire l'empreinte carbone et de pouvoir incorporer des quantités massives de laitier compte tenu de la forte activité pouzzolanique de la fumée de silice. Un composite de ciment à ultra-hautes performances (BFUP) renforcé par des fibres a été conçu à l'Université Fédérale de Rio de Janeiro (UFRJ) et a été produit à partir d'un ciment de laitier de haut fourneau CP III 40 [Toledo Filho *et al.*, 2012]. La conception du béton est basée sur le modèle d'empilement compressible (Compressible Packing Model CPM) développé par De Larrard. Les matériaux utilisés pour la production de BFUP ont été soigneusement sélectionnés tout en respectant la durabilité et le caractère écologique. Le mélange conçu contient 1011 kg/m³ de CP III 40 (ciment au laitier avec une teneur en laitier de 52 %). Ce ciment mélangé contient à la fois du laitier et du clinker de ciment Portland. Il a un effet positif considérable sur l'environnement en raison de ses émissions réduites de CO₂. Le rapport FS/ciment était d'environ 5,8 %. Le rapport E/L du mélange était de 0,17, ce qui a permis d'obtenir des performances exceptionnelles du composite cimentaire. À 28 jours, le béton présentait une résistance à la compression de 162 MPa, un module élastique de 48 GPa et une résistance à la traction de 10 MPa.

En se référant à ces études précédentes, une formulation de référence (Ref_{FS}), intégrant 1025 kg de ciment, a été proposée. Le ciment a été partiellement substitué par 12 % (en masse) de FS et de QC. Les trois quarts de ce taux de remplacement concernaient la FS et un quart correspondait au QC. Il est intéressant de noter que la plupart des recherches menées utilisent une quantité élevée de FS (généralement 25 % de la masse du ciment). Par conséquent, en nous appuyant sur l'étude de Toledo Filho *et al.* [Toledo Filho *et al.*, 2012], il nous a paru important de proposer une formule de référence avec un faible dosage de FS (9 % en masse de ciment) dans le but d'utiliser des quantités massives de laitier sans activation par des produits chimiques supplémentaires ou des traitements thermiques, et sans effet néfaste sur les propriétés mécaniques. Cet effet pourrait être lié au besoin d'alcalinité pour activer le laitier et aux réactions pouzzolaniques concurrentes entre la FS et le laitier. L'étude préliminaire d'optimisation a montré que l'utilisation de laitier ultrafin (SL3) réduit considérablement la fluidité de la pâte. Cette constatation est en accord avec les résultats d'une étude récente [Zhou *et al.*, 2022]. Pour cette raison, seuls le SL1 et le SL2 ont été considérés dans les mélanges de BUHP. Pour équilibrer les différences de volumes absolus totaux, dues aux différentes densités des matériaux cimentaires (OPC, LHF et FS), deux pourcentages volumiques de LHF (SL1 et SL2) ont été explorés (30 % et 50 %). Cette étude aborde également la possibilité de fabriquer un BUHP sans FS. Ainsi, une deuxième formule de référence (Ref_{SL2}) à base de laitier très fin (SL2) a été étudiée. Une substitution volumique de la FS par

SL2 a été effectuée. À notre connaissance, c'est la première fois que des BUHP sont produits sans FS, qui est considérée comme un composant essentiel pour la fabrication de cette nouvelle génération de béton. À partir de cette formule, deux mélanges contenant 30 % de SL1 et SL2, remplaçant le ciment en volume, ont été conçus. Un total de huit mélanges de BUHP, présentés sur la **Figure 3.5**, ont été retenus pour des considérations expérimentales.

Afin de répertorier les différentes formules, les mélanges de références avec et sans FS, avec 30 et 50 % de laitier classique (SL1), avec 30 et 50 % de laitier très fin (SL2), avec 30 % de SL1 combiné au laitier très fin SL2, et 30 % de SL2 combiné au SL2 ont été respectivement désignés comme Ref_{sf}, Ref_{SL2}, SL1-30_{sf}, SL1-50_{sf}, SL2-30_{sf}, SL2-50_{sf}, SL1-30_{SL2} et SL2-30_{SL2}. Les substitutions partielles de ciment par le LHF dans les différents mélanges de BUHP sélectionnés sont indiquées dans le **Tableau 3.6**.

Le rapport E/L est maintenu constant à 0,16 pour tous les mélanges analysés. Le rapport de masse sable/ciment a été maintenu à 1,1. Les teneurs en SQ, CQ et en eau sont aussi maintenues constantes. Le dosage du superplastifiant a été ajusté pour obtenir la même ouvrabilité du béton. Cette maniabilité a été évaluée par des essais d'étalement au mini-cône d'Abrams et est fixée à 350 ± 20 mm pour le BUHP. Il convient de signaler que la quantité totale d'eau correspond à la somme de l'eau contenue dans le superplastifiant et de l'eau ajoutée à la solution (SP + eau).

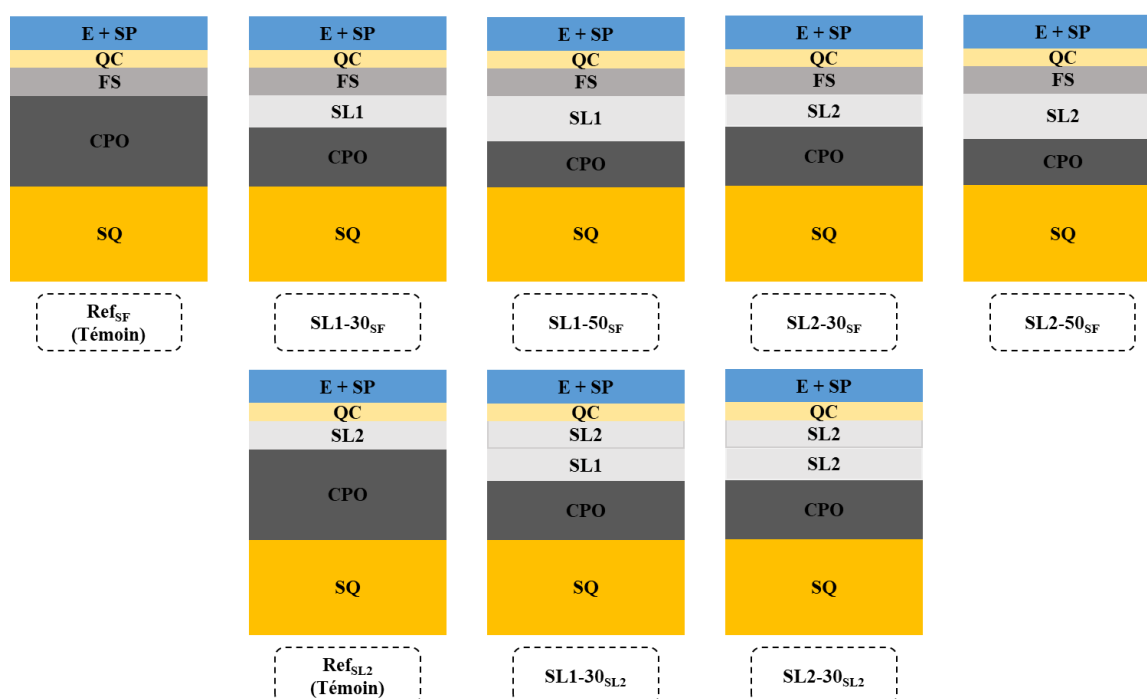


Figure 3.5 : Représentation volumique des formulations étudiées.

Tableau 3.6 : Substitutions partielles du ciment par le LHF dans les différents mélanges.

Désignation	% ciment-% laitier (LHF)
Ref _{sf}	100 % ciment (référence à base de FS)
SL1-30 _{sf}	70 % ciment-30 % laitier classique (à base de FS)
SL1-50 _{sf}	50 % ciment-50 % laitier classique (à base de FS)
SL2-30 _{sf}	70 % ciment-30 % laitier très fin (à base de FS)
SL2-50 _{sf}	50 % ciment-50 % laitier très fin (à base de FS)
Ref _{SL2}	100 % ciment (référence à base de SL2)
SL1-30 _{SL2}	70 % ciment-30 % laitier classique (à base de SL2)
SL2-30 _{SL2}	70 % ciment-30 % laitier très fin (à base de SL2)

Le **Tableau 3.7** récapitule les détails des formulations de mélanges de BUHP retenues (poids des matériaux utilisés pour produire un mètre cube).

Tableau 3.7 : Composition des mélanges retenus.

Masse des matériaux utilisés pour un mètre cube (kg/m ³)										
Mélange	Code	CEM I	SQ	FS	QC	SL1	SL2	SP	SP (%)	Eau
Reference (SF)	Ref _{SF}	1025.00	1127.50	92.25	30.75	-	-	32.45	2.20	151.23
30% SL1 (SF)	SL1-30 _{SF}	717.50	1127.50	92.25	30.75	281.31	-	20.65	1.40	163.03
50% SL1 (SF)	SL1-50 _{SF}	512.50	1127.50	92.25	30.75	468.85	-	35.40	2.40	148.28
30% SL2 (SF)	SL2-30 _{SF}	717.50	1127.50	92.25	30.75	-	281.31	11.80	0.80	171.88
50% SL2 (SF)	SL2-50 _{SF}	512.50	1127.50	92.25	30.75	-	468.85	17.70	1.20	165.98
Reference (SL2)	Ref _{SL2}	1025.00	1127.50	-	30.75	-	119.43	29.50	2.00	154.18
30% SL1 (SL2)	SL1-30 _{SL2}	717.50	1127.50	-	30.75	281.31	119.43	17.70	1.20	165.98
30% SL2 (SL2)	SL2-30 _{SL2}	717.50	1127.50	-	30.75	-	400.74	14.75	1.00	168.93

3.3.2. Séquence de malaxage

✓ Pâtes

Les pâtes de ciment et de laitier ont été préparées en mélangeant les composants solides (ciment ou laitier) avec de l'eau dans un malaxeur à mortier de capacité 5 L pendant 30 s à faible vitesse (140 tr/min), puis 30 s à grande vitesse (285 tr/min). La **Figure 3.6** illustre également le temps et la procédure adoptés lors de la fabrication des différentes pâtes.

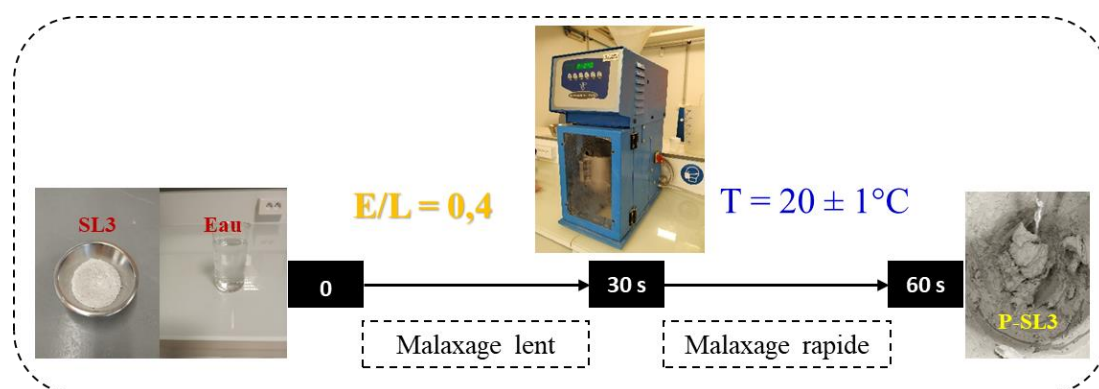


Figure 3.6 : Procédure de malaxage pour la préparation des pâtes.

✓ BUHP

Les différents mélanges de BUHP ont été préparés en utilisant un malaxeur à haute énergie. Il s'agit d'un malaxeur intensif (Eirich), présenté sur la **Figure 3.7**, avec un volume maximal de 15 L. Ce type de malaxeur est composé d'une cuve tournante et inclinée et un outil rotatif à vitesse variable. La forme en étoile de la pale et l'inclinaison de la cuve, qui tournent à vitesse très rapide et en sens opposés, permettent une homogénéisation optimale et un meilleur cisaillement du mélange, malgré son faible rapport E/L. Ce malaxeur permet de produire des multi-composants BUHP ayant une qualité excellente et stable avec un temps de malaxage réduit.



Figure 3.7 : Malaxeur Eirich utilisé.

Les ingrédients solides sont tout d'abord introduits dans la cuve, du plus grossier au plus fins, puis mélangés pendant 30 secondes à faible vitesse. Ensuite, la solution d'eau et de superplastifiant est ajoutée aux poudres et le malaxage à grande vitesse est lancé. La procédure de malaxage a duré au total 4,5 minutes pour tous les BUHP élaborés. Cette séquence de malaxage garantit une dispersion optimale des particules et une meilleure homogénéisation du mélange avec un temps de malaxage réduit. Les procédures et les temps de malaxage, adoptés lors de la confection des BUHP, sont détaillés sur la **Figure 3.8**.

Le mélange du BUHP nécessite une attention particulière pour obtenir une consistance uniforme. Toutes les formulations des BUHP ont été préparées suivant le même mode opératoire dans le même malaxeur, avec des moyens matériels identiques, en suivant la même procédure de mélange et les temps de malaxage et de repos décrits précédemment. Afin d'obtenir des matériaux aux caractéristiques quasi constantes pour chaque gâchée, la même séquence de malaxage a été rigoureusement adoptée.

Chaque gâchée est réalisée en malaxant, dans un laboratoire régulé à une température de $20 \pm 1^\circ\text{C}$, les matériaux cimentaires et le sable avec de l'eau. Le même rapport eau/liant ($E/L = 0,16$) a été adopté pour toutes les formules sélectionnées. Les différents constituants sont pesés sur une balance de précision $\pm 0,2$ g.

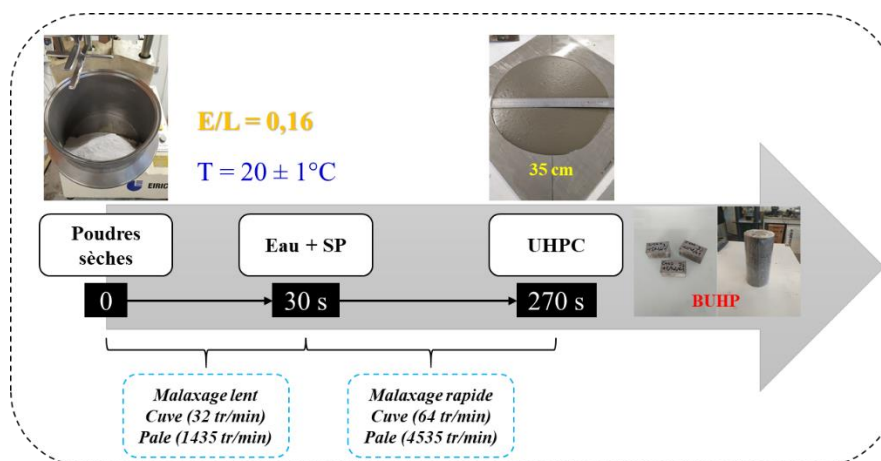


Figure 3.8 : Procédure de malaxage pour la préparation des mélanges BUHP.

3.3.3. Confection et conditions de conservation des éprouvettes

Une fois le processus de malaxage terminé, les éprouvettes de pâtes et de béton sont réalisées. Compte tenu des spécificités de chaque protocole expérimental, la mise en place et les conditions de conservation des échantillons lors des essais de calorimétrie (isotherme et semi-adiabatique), de prise Vicat, de retrait chimique et de retrait volumique, seront détaillées dans la partie consacrée aux dispositifs de mesure.

✓ Pâtes

Les pâtes de ciment et de laitier ont été coulées dans des moules $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$, avec des inserts en plastique ajoutés pour diviser le moule en 18 compartiments de dimension $2 \times 2 \times 2 \text{ cm}^3$, afin de pouvoir déterminer par la suite leurs résistances à la compression à 7, 14, 28, 56 et 90 jours. Après avoir rempli les moules avec la pâte fraîchement formulée, les deux côtés du moule sont tapotés pour évacuer les bulles d'air formées. La surface du moule est ensuite arasée, à l'aide d'une règle biseautée, et recouverte avec une plaque en verre pour éviter l'évaporation d'eau. Les moules sont conservés dans une salle climatisée à $20 \pm 1 \text{ °C}$. Après 24 heures, les échantillons de pâte de ciment ont été démoulés tandis que les échantillons P-SL2 et P-SL3 ont été démoulés après 7 jours. Les échantillons P-SL1 ont été démoulés après 28 jours. Après démoulage, les éprouvettes sont marquées et stockées dans une chambre humide maintenue à $20 \pm 1 \text{ °C}$ dans des sacs en plastique pour éviter tout échange avec le milieu de conservation.

✓ BUHP

Pour les mélanges de BUHP, immédiatement après le malaxage, les mélanges ont été coulés dans des moules prismatiques ($4 \times 4 \times 16 \text{ cm}$), avec des inserts ajoutés pour diviser le moule en 6 compartiments, comme le montre la **Figure 3.9**. Le choix des moules prismatiques se justifie par le fait que nous travaillons à l'échelle de la pâte et avec de petits volumes (malaxeur d'un volume maximal de 15 L). Ces éprouvettes prismatiques seront soumises à des essais de compression à 1, 3, 7, 28 et 90 jours. Des éprouvettes cylindriques ($11 \times 22 \text{ cm}$) ont été fabriquées pour des essais de traction par fendage (28 j) et des essais de durabilité (90 j). Les moules ont été remplis, sans vibration, et ensuite ont été stockés pendant 24 heures, avant d'être démoulés, dans une salle maintenue à $20 \pm 1 \text{ °C}$. Lors de moulage, des précautions ont été prises pour éliminer tout air entraîné et éviter toute ségrégation.

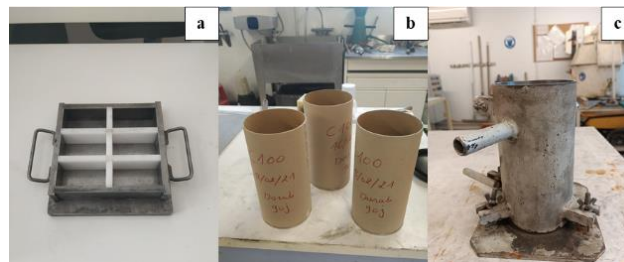


Figure 3.9 : Les moules utilisés pour les essais de (a) compression, (b) fendage et (c) durabilité.

Une fois les moules remplis (dans des conditions similaires), ils ont été soigneusement recouverts d'une plaque en verre pendant 24 heures afin d'éviter tout échange hydrique avec le milieu ambiant. Immédiatement après le démoulage, les éprouvettes ont été scellées avec une couche d'un film alimentaire, puis emballées dans des sacs en plastique (**Figure 3.10**) et conservées dans une chambre humide ($> 95 \text{ % HR}$) maintenue à une température constante de $20 \pm 1 \text{ °C}$ jusqu'à l'échéance de mesure souhaitée. Ce mode de conservation (conditions endogènes) est adopté pour la série d'essais afin de corréliser les résultats avec ceux des mesures de retrait endogène.



Figure 3.10 : Eprouvettes enveloppées d'un film alimentaire puis emballées dans des sacs en plastique.

3.4. Méthodes d'essais

Cette section de la thèse synthétise les méthodes et les essais expérimentaux utilisés pour la caractérisation des BUHP à l'état frais (maniabilité, calorimétrie isotherme et semi-adiabatique, prise Vicat, retrait chimique et retrait volumique en conditions endogènes libres), et à l'état durci (résistances mécaniques, microstructure et durabilité). Dans ce qui suit, le plan expérimental de notre étude sera exposé en détail afin d'élucider parfaitement l'effet de l'incorporation de laitier sur le comportement au jeune âge et à long terme des BUHP. Les essais de caractérisation des pâtes de ciment et de laitiers seront également présentés en parallèle avec les mélanges de BUHP.

3.4.1. Maniabilité

Avant de lancer la série de tests sur les différentes formules de BUHP, la maniabilité des mélanges a été caractérisée au moyen d'essais d'étalement au mini-cône d'Abrams ($\text{Ø1} = 5 \text{ cm}$, $\text{Ø2} = 10 \text{ cm}$, $l = 15 \text{ cm}$), conformément à la norme NF EN 12350-8 [NF EN 12350-8, 2019]. Le but est d'évaluer le comportement rhéologique du matériau, comme le montre la **Figure 3.11**. L'essai a été mené à une température de $20 \pm 1 \text{ °C}$.



Figure 3.11 : Essai d'étalement au mini cône d'Abrams.

Le mini-cône d'étalement (**Figure 3.11**) a été rempli puis retiré lentement pour permettre au béton de s'étaler sur la plaque. Après avoir atteint un état stable, les diamètres ont été mesurés à l'aide d'une règle pour obtenir la valeur d'étalement. La moyenne des valeurs d'étalement de l'échantillon a été considérée comme valeur représentative pour chaque mélange. La valeur d'étalement visée pour les mélanges de BUHP étudiés a été définie comme étant d'environ $350 \pm 20 \text{ mm}$, soutenue par l'analyse des résultats d'une étude précédente [Abdulkareem et al., 2018 (a)], afin de garantir une capacité autoplaçante.

L'étalement a été mesuré pour tous les mélanges de béton et l'essai réalisé pour le mélange de référence est illustré sur la **Figure 3.12**. Les analyses ont été effectuées directement après la procédure de malaxage en raison du temps de prise très rapide du matériau. La **Figure 3.12** montre le mélange du BUHP autoplaçant ainsi obtenu. L'étalement a été mesuré sur une plaque métallique non absorbante placée sur une surface plane et horizontale, exempte de toute vibration ou choc extérieur. La surface sur laquelle le béton va être placé est nettoyée pour éliminer toutes les impuretés telles que la poussière ou les restes de béton des essais précédents, car cela pourrait interférer avec le test [Bahedh et Jaafar, 2018]. Avant de procéder à l'essai, la plaque et le cône sont humidifiés à l'aide d'un chiffon humide, sans toutefois être excessivement mouillés. Un étalement de 350 mm a été obtenu, ce qui est comparable à ceux des bétons autoplaçants classiques [Arora et al., 2019 ; Ahmad et al., 2019].

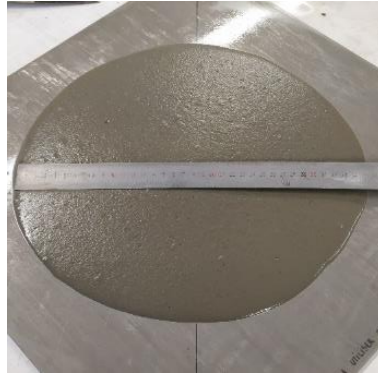


Figure 3.12 : Essai d'étalement du mélange témoin.

3.4.2. Chaleur d'hydratation

3.4.2.1. Micro-calorimétrie isotherme

Les réactions d'hydratation des matrices cimentaires sont exothermiques, elles se déroulent toujours avec un dégagement de chaleur. La mesure du flux de chaleur d'hydratation est une technique pratique très utilisée pour quantifier la cinétique de la réaction d'hydratation des liants hydrauliques au très jeune âge.

Au cours de notre étude, un microcalorimètre isotherme à 8 puits de marque TAM Air interfacé avec le logiciel TA Instruments, montré sur la **Figure 3.13**, a été utilisé pour mesurer, en continu, le flux de chaleur ainsi que la chaleur dégagée par une matrice cimentaire à température constante (20 °C). Chaque puits comporte deux compartiments, un pour l'échantillon de référence et un autre pour l'échantillon d'essai. L'appareil est conçu pour l'évolution de très faible flux de chaleur. Le flux de chaleur mesuré représente la différence de flux entre l'échantillon testé et la référence. Le test est réalisé pour toutes les formulations étudiées (pâtes et BUHP). Un échantillon complètement hydraté (pâte ou BUHP) est utilisé comme référence car il dispose d'une capacité thermique et d'une conductivité thermique comparables à celles de l'échantillon testé.



Figure 3.13 : Microcalorimètre isotherme à 8 puits.

Pour chaque formulation, deux échantillons d'environ 15-20 g sont prélevés immédiatement après le malaxage, pesés avec précision (à 0,01 g près) et introduits dans des flacons en plastique. Les flacons sont ensuite placés dans le microcalorimètre. Il est à noter qu'il faut bien nettoyer les parois des pots pour assurer des bonnes mesures, et les tapoter pour évacuer les bulles d'air. L'échantillon d'essai est mis avec l'échantillon de référence chacun dans son compartiment et l'acquisition est lancée. Les courbes de flux de chaleur, rapportées à la masse du liant présent dans les mélanges de pâte et de BUHP, sont des courbes moyennes obtenues à partir de deux tests réalisés en parallèle. Chaque mesure est effectuée pendant les 40 premiers jours d'hydratation pour les pâtes à base de ciment ordinaire et de

laitier et pendant les 7 premiers jours pour les mélanges BUHP. La première mesure est prise environ 10 minutes après la fin du malaxage. On suppose que, dans ce laps de temps, la quantité de chaleur non mesurée reste faible par rapport à la quantité totale de chaleur dégagée pendant la période d'investigation. Au cours de cette période, le flux de chaleur ainsi que la chaleur dégagée sont mesurés toutes les 30 secondes.

3.4.2.2. Calorimétrie semi-adiabatique

L'évolution de l'hydratation des mélanges de BUHP a été mesurée à l'aide d'un test de calorimétrie semi-adiabatique, également connu sous le nom de méthode Langavant. L'essai a été réalisé conformément à la norme européenne EN 196-9 [EN 196-9, 2010]. Environ 1900 g de béton frais, préparé à 20 ± 1 °C, ont été introduits le plus rapidement possible dans un moule cylindrique isolé, celui-ci a été scellé par un couvercle avec un petit trou percé au centre. Le moule a ensuite été placé dans le calorimètre, comme indiqué sur la **Figure 3.14**. Cet essai permet de quantifier la chaleur émise en fonction de la variation de température. Cette dernière est évaluée à l'aide d'une sonde de température de type PT100. L'évolution de la température induite par la chaleur dégagée, due à l'hydratation, est suivie et enregistrée toutes les 10 min pendant 168 h dans une salle climatisée à 20 ± 1 °C. Après 7 jours, la mesure est arrêtée et les données obtenues sont analysées.



Figure 3.14 : Calorimètre semi-adiabatique pour l'hydratation du BUHP.

3.4.3. Temps de prise Vicat

Les temps de début et de fin de prise Vicat des mélanges de BUHP ont été évalués conformément à la norme NF EN 196-3 [NF EN 196-3, 2017] en utilisant l'appareil Vicat (**Figure 3.15**). L'essai consiste à remplir le moule tronconique (de diamètre interne de 75 mm à la base et de 65 mm au sommet, avec une hauteur de 40 mm) de l'appareil Vicat par un matériau cimentaire directement après la préparation. Une plaque a été utilisée et collée pour éviter toute fuite du matériau (l'étanchéité à la base du moule est faite par un joint de graisse). Le moule doit être rempli entièrement sans tassement ni vibration excessive, en enlevant tout excédent. Le moule Vicat contenant l'échantillon de BUHP est ensuite posé dans l'appareil et immergé dans l'eau pour assurer une humidité élevée > 90 %. Pour maintenir une température constante pendant l'essai, l'appareil est installé dans une chambre climatisée à 20 ± 1 °C. Une fois l'aiguille de l'appareil bien ajustée, nous programmons l'appareil pour une chute libre automatique de l'aiguille toutes les dix minutes. L'échantillon a été conservé pendant l'essai sans être perturbé.

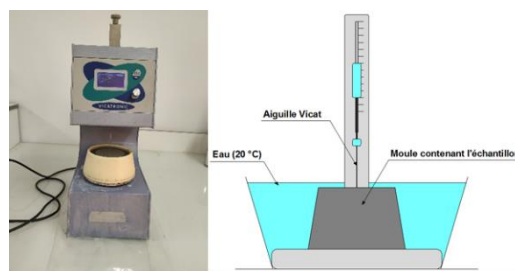


Figure 3.15 : Essai de prise Vicat.

Le temps du début de prise est défini comme la durée de temps comprise entre le moment où le ciment entre en contact avec l'eau et le moment où la pénétration de l'aiguille Vicat est de 35 mm (c'est-à-dire que la distance entre le fond du moule Vicat et l'aiguille est égale à 5 mm, entre 3 et 6 mm selon la norme [NF EN 196-3, 2017]). En raison du retrait du BUHP (dû au très faible rapport E/L), nous avons considéré que la fin de la prise correspond à une profondeur de pénétration de 5 mm au lieu de 0,5 mm, comme spécifié par la norme. Pour chaque mélange de BUHP, deux essais de prise sont réalisés afin de déterminer le temps de prise moyen. La précision sur les temps de prise Vicat est de ± 15 min.

3.4.4. Mesure du retrait au jeune âge

3.4.4.1. Retrait chimique

Dans la présente étude, les mesures de retrait chimique sont effectuées en assurant une saturation permanente en eau de l'espace interstitiel du matériau hydratant. Cette variation de volume absolu, due aux réactions d'hydratation, est mesurée par pesée hydrostatique. Cette technique a été largement utilisée dans de nombreux travaux pour évaluer expérimentalement le retrait endogène [Mounanga *et al.*, 2004 ; Bouasker *et al.*, 2008 (a) ; Mounanga *et al.*, 2011].

Dès la fin du malaxage, 15-20 g d'échantillon frais sont introduits soigneusement dans un flacon de 20 ml muni d'un orifice dans sa partie supérieure. Le flacon est tapoté pour éliminer les bulles d'air dans l'échantillon et les parois de l'ampoule sont nettoyées de l'intérieur et de l'extérieur pour ne pas fausser les expériences. Le reste du pot est rempli d'eau distillée, versée assez doucement pour éviter la perturbation de l'échantillon. L'ensemble du système, y compris l'échantillon dans le flacon, est suspendu à une balance de 0,0001 g de précision par un fil de nylon et immergé sous l'eau distillée à la température de durcissement visée (20 ± 1 °C) (**Figure 3.16**). Pour éviter les perturbations des mesures, des précautions sont prises lors de la mise en place du pot dans le dispositif. Ce dernier est protégé par une plaque en plexiglas et placé sur une table stable. Un logiciel d'enregistrement de la variation de la masse de l'échantillon est utilisé. L'acquisition automatique des données commence 10 min après le premier contact eau-liant. Les mesures sont enregistrées toutes les cinq minutes, pendant les 14 premiers jours d'hydratation pour les pâtes à base de ciment ordinaire et de laitier et pendant les 7 premiers jours pour les mélanges BUHP. Le système d'essai a été placé dans une pièce climatisée à 20 ± 1 °C. Les conditions quasi-isothermes pendant les essais sont assurées par un système de circulation d'eau périphérique, dont la température est contrôlée par un cryostat.

Le retrait chimique par gramme de liant peut être calculé comme suit :

$$\Delta V(t) = \frac{\Delta M(t)}{\rho \times M}$$

Où ; $\Delta V(t)$ est le retrait chimique (mm^3/g de liant), $\Delta M(t)$ est la variation de la masse de l'échantillon sous l'eau (g), à l'instant t , ρ est la densité de l'eau à 20 °C ($0,9982 \text{ g/cm}^3$) et M est la masse de liant dans l'échantillon (g).

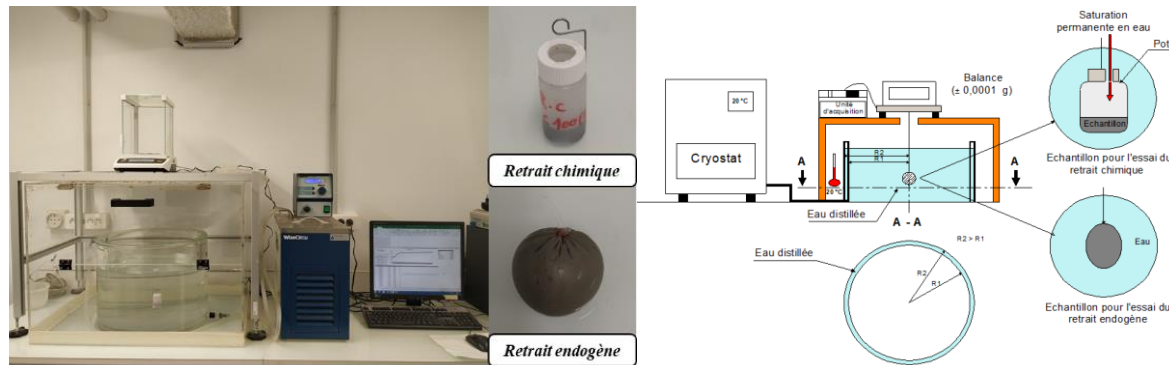


Figure 3.16 : Dispositif de mesure de retrait (chimique et endogène).

3.4.4.2. Retrait endogène

Le même dispositif de mesure du retrait chimique, illustré sur la **Figure 3.16**, est également utilisé pour évaluer le retrait endogène volumique au jeune âge de tous les mélanges sélectionnés. L'essai consiste à couler le matériau frais dans une membrane souple, supposée imperméable et scellée en évitant l'introduction de bulles d'air. Immédiatement après la formulation, 80 à 120 g de mélange sont introduits délicatement dans la membrane en latex, garantissant une bonne étanchéité par rapport au milieu environnant. Afin d'éviter le problème d'absorption d'eau par la membrane, celle-ci a été saturée dans l'eau pendant 24 heures avant le début de l'essai. L'ensemble est vibré avec un grand soin afin d'évacuer les bulles d'air, avant de nouer l'extrémité de la membrane à l'aide d'un mince fil de nylon. La surface externe de la membrane est ensuite rincée, délicatement séchée à l'aide d'un chiffon, puis pesée. L'échantillon est suspendu à une balance de précision 0,0001 g, par l'intermédiaire d'un fil, et plongé immédiatement dans un bain à température contrôlée de 20 ± 1 °C. La balance est connectée à un système d'acquisition automatique de données, qui enregistre en continu l'évolution de la densité apparente de l'échantillon. La masse du système est enregistrée en continu de 10 min après le contact eau-liant jusqu'à 14 j pour les pâtes à base de ciment ordinaire et de laitier et jusqu'à 7 j pour les mélanges BUHP. Des mesures sont effectuées jusqu'à 21 à 30 jours pour certaines formules de BUHP.

Le retrait endogène, exprimé en $\mu\text{m/m}$, est calculé selon Bouasker *et al.* [Bouasker *et al.*, 2008 (b)] :

$$\varepsilon_{vol \rightarrow lin}(t) = \frac{10^6}{3} \times \frac{\Delta M(t)}{V(t_0) \times \rho}$$

Où ; $\varepsilon_{vol \rightarrow lin}(t)$ est le retrait endogène ($\mu\text{m/m}$), $\Delta M(t)$ est la variation de la masse de l'échantillon sous l'eau (g), à l'instant t , ρ est la densité de l'eau à 20 °C ($0,9982 \text{ g/cm}^3$) et $V(t_0)$ est le volume initial de l'échantillon (cm^3).

3.4.5. Essais mécaniques

3.4.5.1. Résistance à la compression

Pour les pâtes à base de ciment et de laitier (P-OPC, P-SL2 et P-SL3), les essais de compression sont réalisés sur les cubes ($2 \times 2 \times 2$) cm^3 à 7, 14, 28, 56 et 90 jours, conformément à la norme EN 196-1 [EN 196-1, 2016]. Pour chaque échéance, six échantillons ont été testés à l'aide d'une presse de 200 kN (**Figure 3.17**), avec une vitesse de chargement de 2,5 kN/s. En raison de la texture de la pâte à base de

laitier classique (P-SL1) et de sa faible résistance, il a été difficile de détecter la rupture des échantillons à toutes les échéances.

Les essais de mesure de la résistance à la compression des BUHP ont été réalisés sur des demi-éprouvettes ($4 \times 4 \times 16$) cm³, selon la norme NF EN 196-1 [NF EN 196-1, 2016]. Chaque demi-éprouvette est testée en compression sur les faces latérales de moulage et sous une section de 4×4 cm² au moyen d'une presse hydraulique d'une charge de 300 kN (vitesse de chargement de 2,5 kN/s), comme présenté sur la **Figure 3.17**. Pour chaque essai, six éprouvettes sont testées. Les valeurs de résistance en compression sont les valeurs obtenues comme une moyenne sur au moins trois échantillons.



Figure 3.17 : Essai de résistance en compression.

3.4.5.2. Résistance à la traction par fendage

Cet essai est réalisé sur des éprouvettes cylindriques 11×22 cm², conformément à la norme NF EN 12390-6 [NF EN 12390-6, 2012]. Les essais en traction par fendage sont effectués à 28 jours d'hydratation. Les éprouvettes ont été testées en utilisant une presse de 2000 kN, avec une vitesse de chargement de 5 kN/s. Pour chaque mélange de BUHP, trois cylindres sont testés et la valeur moyenne est rapportée. Des photographies du système utilisé avant et après la rupture sont montrées sur la **Figure 3.18**.

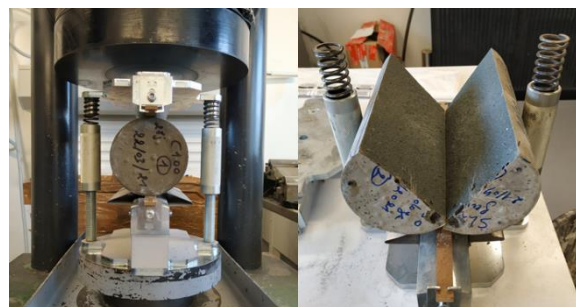


Figure 3.18 : Essai de fendage sur des éprouvettes de BUHP.

3.4.6. Caractérisation de la microstructure

3.4.6.1. Analyse thermogravimétrique (ATG)

Les mesures, menées dans cette étude, ont été effectuées par un analyseur thermique NETZSCH STA 449 F3, comme le montre la **Figure 3.19**, sous une atmosphère dynamique d'azote. Le choix de l'azote comme gaz a pour but d'éviter toute interaction chimique avec l'échantillon. Pour les échantillons hydratés, les analyses sont réalisées sur des poudres tamisées à 315 μ m après broyage du matériau. Du méthanol a été utilisé pour bloquer l'hydratation. La masse de l'échantillon à analyser est de l'ordre de 250 mg (afin de faciliter le chauffage et l'évaporation des produits de décomposition). Les analyses thermogravimétriques (ATG) sont effectuées sur les mélanges de pâtes et de BUHP. Dans notre cas, le

départ de l'analyse thermogravimétrique est réalisé à une température de l'ordre de 30 °C et la température finale est de 1250 °C. La montée en température, durant l'essai, se fait de façon linéaire avec une vitesse de 10 °C/min.



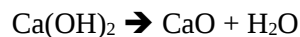
Figure 3.19 : Analyseur thermogravimétrique.

Les analyses sont effectuées à l'échéance de 1, 3, 7, 14, 28, 56 et 90 jours pour les différentes pâtes. Pour les mélanges de BUHP, le suivi de la teneur en eau liée et de la quantité de Portlandite est réalisé à 1,3,7, 28 et 90 jours.

Durant cet essai, trois principales phases de décomposition des produits d'hydratation sont facilement identifiées dans des plages de température respectives, et les limites précises des intervalles de température ont été déterminées sur les dérivées des courbes thermogravimétriques (DTG) sous forme de pics (**Figure 3.20**) :

- La perte de masse, due à la libération de l'eau liée et à la décomposition de certains hydrates (C-S-H, ettringite, etc.), s'est produite entre 105 et 550 °C [[Stephant, 2015](#)]. Ce premier pic s'explique par l'évaporation de l'eau existante dans les hydrates. Il convient de noter que le départ d'eau se produit à des températures différentes en raison de la différence de taille des pores et que la température de décomposition des hydrates varie d'un matériau à l'autre. Afin de ne pas sous-estimer les mesures d'eau liée, en raison de la déstabilisation de l'ettringite et du C-S-H, les mesures sont également effectuées dans la plage de température de 80-550 °C.

- La déshydratation de la Portlandite CH (ou Ca(OH)_2) s'est produite entre 410 et 520 °C. La perte de masse dans ce cas correspond à la libération de l'eau liée suite à la réaction suivante :



- La décarbonatation de la calcite (CaCO_3) a lieu entre 530 et 800 °C. Dans cette phase la perte de masse correspond au départ de dioxyde de carbone contenu dans les composés carbonatés suite à la réaction suivante :



Les quantités de Portlandite et de calcite présentes dans le béton testé ont été déterminées à partir des pertes d'eau ou de CO_2 suite à leur décomposition suivant les formules ci-dessous :

$$\% \text{Ca(OH)}_2 = \% \text{H}_2\text{O} \times \frac{M_{\text{Ca(OH)}_2}}{M_{\text{H}_2\text{O}}} = \% \text{H}_2\text{O} \times 4,11$$

$$\% \text{CaCO}_3 = \% \text{CO}_2 \times \frac{M_{\text{CaCO}_3}}{M_{\text{CO}_2}} = \% \text{CO}_2 \times 2,27$$

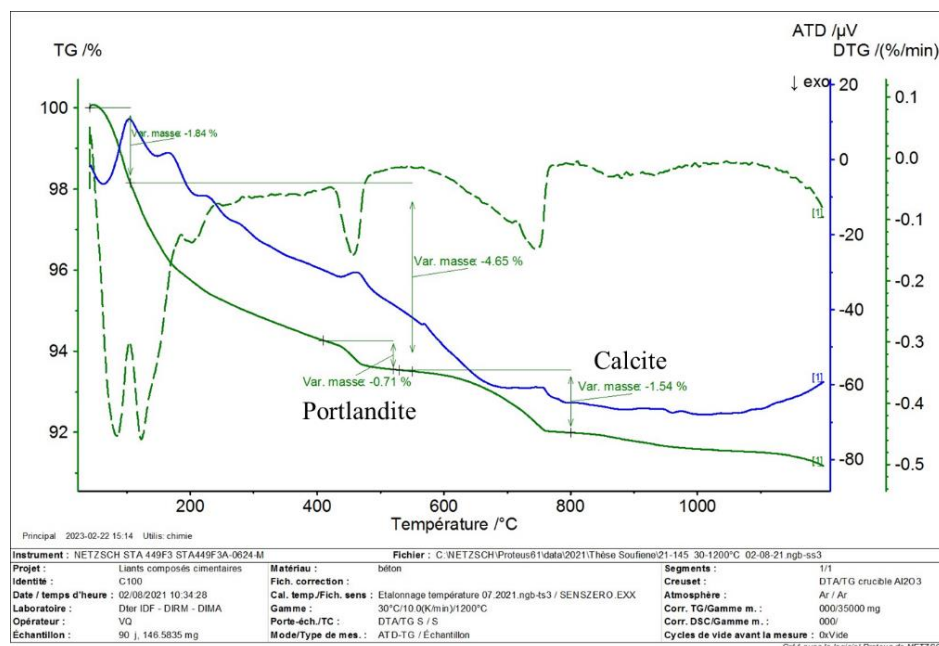


Figure 3.20 : Courbes d'analyse thermique de Ref_{SF} à 90 jours.

3.4.6.2. Diffraction aux rayons X (DRX)

Dans ce travail, l'analyse minéralogique du BUHP a été réalisée par diffraction des rayons X sur poudre. Les échantillons durcis à 3 et 90 jours ont été préparés selon la même procédure que celle de l'ATG. Un diffractomètre Bruker D8 Advance (**Figure 3.21**) équipé d'un monochromateur à faisceau incident avec un rayonnement CuK α ($\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$), et fonctionnant à une tension de générateur de 40 kV et un courant de 30 mA a été utilisé pour les analyses DRX. Les données ont été enregistrées entre 5° à 70° en 2 θ pour tous les BUHP étudiés, avec un pas de 0,0286°. Les fichiers sont ensuite récupérés puis traités afin d'identifier les phases présentes dans chaque formule de béton.

Il convient de noter que la complexité du mélange de BUHP, qui contient des ingrédients de tailles de particules et de cristallinité différentes, rend plus difficile la réalisation de l'analyse par DRX. En effet, le sable utilisé pour fabriquer ce type de béton comporte de nombreux gros grains (100-600 μm). De plus, le quartz est très bien cristallisé, ce qui rend très faible la contribution des raies de diffraction des autres phases.

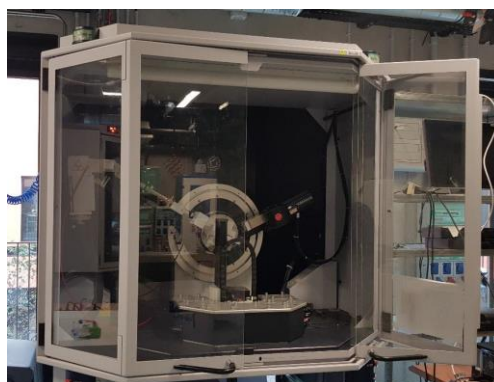


Figure 3.21 : Diffractomètre Bruker D8 Advance utilisé pour les analyses DRX.

3.4.6.3. Observations microscopiques

La microscopie électronique à balayage (MEB) et la microscopie électronique à transmission (MET) sont des techniques de microscopie électronique permettant de produire des images à haute résolution de la surface d'un échantillon en se basant sur le principe des interactions électrons-matière. Ces analyses couplées à la spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDX) permettent d'observer l'ordre de grandeur des cristaux d'alite ou de bélite et de faire leur analyse chimique par exemple.

En plus des analyses minéralogiques et thermiques présentées précédemment, des analyses microscopiques ont été réalisées sur certaines formulations afin d'étudier l'effet du dosage et de la finesse du laitier sur le développement de la microstructure des BUHP. Ces analyses ont été effectuées sur 6 formules, au lieu de 8. Le choix de ces formulations ainsi que l'âge d'observation sont détaillés sur la **Figure 3.22**.

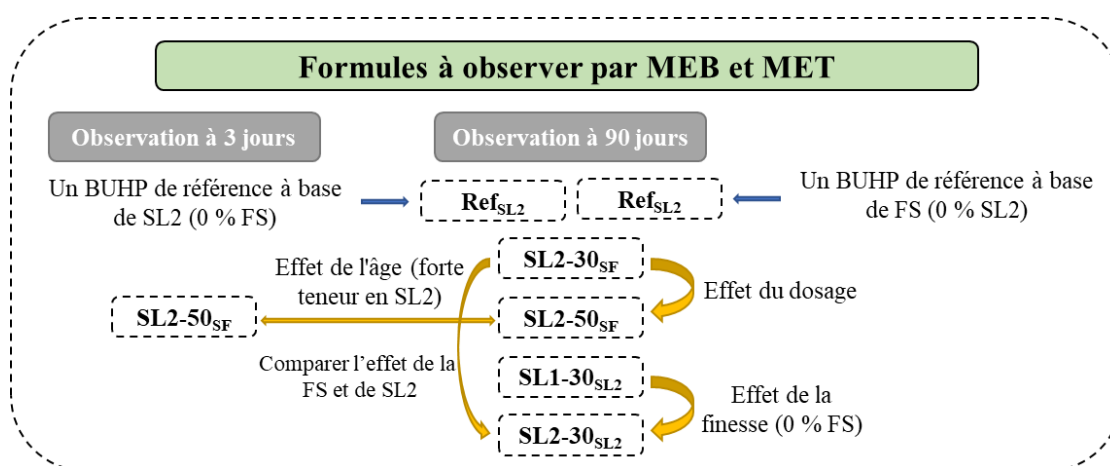
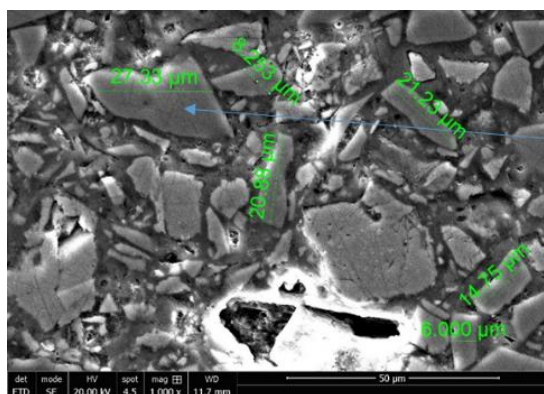


Figure 3.22 : Choix de formules pour les observations MEB.

À l'âge d'hydratation souhaité (3 et 90 jours), de petits morceaux d'environ $5 \times 5 \times 5 \text{ mm}^3$ ont été soigneusement prélevés à partir des éprouvettes prismatiques de BUHP de $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ pour être analysés au microscope électronique à balayage (MEB). À l'âge de 3 jours, les échantillons sont trempés dans du méthanol pour arrêter l'hydratation. Ensuite, tous les échantillons de BUHP développés sont placés dans une étuve à 105°C jusqu'à ce qu'ils atteignent une masse constante.

Avant l'observation au MEB, les fragments sont enrobés dans une résine époxy. Après durcissement de la résine, les échantillons sont polis à plusieurs étapes avec une série de papiers abrasifs pour obtenir des sections bien polies. Le polissage est réalisé sous l'éthanol absolu. Tous les échantillons (sections polies) sont recouverts d'une fine couche de carbone (d'une épaisseur de quelques nanomètres) par évaporation dans un métalliseur afin de rendre la surface conductrice. Les analyses microstructurales ont été réalisées sur un MEB (FEI® Quanta 650 FEG), principalement en électrons rétrodiffusés. Ce microscope est couplé à un spectromètre à dispersion d'énergie (EDX) pour les analyses chimiques. Cette technique est basée sur la détection des rayons X dont les énergies dépendent de la nature de l'atome émetteur. Ces analyses ont permis notamment de déterminer la composition chimique des différentes phases minéralogiques des constituants présents. Un exemple d'image obtenue est présenté sur la **Figure 3.23**.



El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
C	6	K-series	4,95	5,18	10,29	0,92
O	8	K-series	26,49	27,75	41,34	3,47
Na	11	K-series	0,30	0,31	0,33	0,05
Mg	12	K-series	5,02	5,25	5,15	0,30
Al	13	K-series	6,85	7,18	6,34	0,36
Si	14	K-series	15,49	16,22	13,77	0,69
S	16	K-series	0,97	1,02	0,76	0,06
K	19	K-series	0,26	0,28	0,17	0,04
Ca	20	K-series	34,65	36,30	21,59	1,04
Ti	22	K-series	0,49	0,51	0,26	0,04
Total:			95,47	100,00	100,00	

Figure 3.23 : Exemple d'image avec analyse EDX obtenue sur un échantillon de SL1-30SL2.

Pour les observations au MET, l'analyse des échantillons a été réalisée à l'aide d'un microscope électronique à transmission Philips® CM200. L'analyse chimique a également été effectuée à l'aide d'un spectromètre à dispersion d'énergie (EDX). L'échantillon de béton à tester est broyé en poudre fine de 315 μm (même procédure que pour les analyses ATG et DRX). Cette étape est importante pour avoir un échantillon mince et homogène, facile à disperser. Les particules fines, tamisées à 315 μm , sont ensuite mélangées à de l'acétone. La partie surnageante est récupérée et placée sur une grille en cuivre pour être observée.

3.4.6.4. Porosité par intrusion de mercure (PIM)

L'essai de porosité par intrusion de mercure est une technique largement utilisée pour quantifier la distribution porale d'un matériau à base de ciment. Il s'agit d'un test rapide et simple à mettre en œuvre, couvrant une gamme très large de tailles de pores pouvant aller de 3 nm jusqu'à 300 μm [Cherkaoui, 2010]. Cette méthode de laboratoire permet de déterminer notamment la porosité volumique totale (en pourcentage) et le rayon moyen de pores. L'essai est basé sur la pénétration du mercure dans les pores sous l'action d'une pression (appliquée d'une façon incrémentale).

Dans le cadre de ce travail, les essais de porosimétrie ont été menés, sur quelques formules, avec un porosimètre à mercure type Autopore IV, montré sur la **Figure 3.24**. Après 3 et 90 jours d'hydratation, des petits échantillons, d'environ $0,5 \times 0,5 \times 0,5 \text{ cm}^3$, sont découpés à partir des éprouvettes prismatiques de $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ pour chaque mélange de BUHP étudié. Les échantillons âgés de 3 jours sont immergés dans du méthanol pour bloquer la progression de la réaction d'hydratation. La préparation des échantillons comprend le séchage par passage à l'étuve à 105 $^{\circ}\text{C}$, puis leur conservation dans des pots avant de procéder aux essais. La température du laboratoire, où est installé le dispositif, est réglée à $20 \pm 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$, ce qui limite les risques de dilatation/contraction du mercure et garantit une bonne reproductibilité des tests.

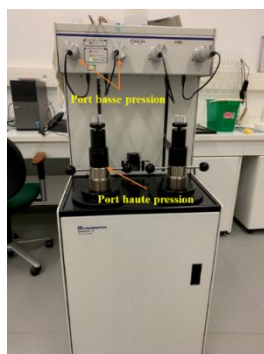


Figure 3.24 : Porosimètre à mercure type Autopore IV.

3.4.7. Propriétés de durabilité

En général, la durabilité du béton est liée à la porosité et donc à l'aptitude du matériau à résister à la pénétration d'agents agressifs. De plus, tout mécanisme de dégradation, même interne au béton, implique un processus de transport au moins d'eau, et éventuellement d'ions ou de gaz. Les propriétés de transfert des matériaux cimentaires (porosité et coefficient de diffusion) vont donc jouer un rôle déterminant sur l'évaluation et la prévision de la durabilité des structures. Dans le cas de la corrosion des armatures, c'est le transport de l'eau, du dioxyde de carbone, de l'oxygène, et éventuellement des chlorures s'ils sont présents, qui est en cause.

Dans notre travail de recherche, on s'intéressera à la porosité accessible à l'eau, à la carbonatation accélérée et à la diffusion des ions chlore. Dans cette partie, nous allons décrire les protocoles d'essais réalisés pour évaluer ces indicateurs généraux de durabilité.

3.4.7.1. Préparation des échantillons

Les indicateurs de durabilité sont évalués sur des échantillons âgés de plus de 90 jours, où le développement de la microstructure est relativement stable. Ces échantillons ont été durcis dans des conditions endogènes (stockés dans des sacs en plastique dans une chambre humide réglée à une température de 20 ± 1 °C). Des éprouvettes prismatiques ($4 \times 4 \times 16$ cm³) sont utilisées pour l'essai de carbonatation. Pour la mesure de la porosité accessible à l'eau et du coefficient de diffusion, des cylindres de 11×22 cm² sont utilisés. Ces éprouvettes (prismatiques et cylindriques) ont été découpées en plusieurs tranches, comme le décrit la **Figure 3.25**. Il est bien évidemment préférable d'éviter les extrémités de l'éprouvette afin de s'affranchir des effets de bord.

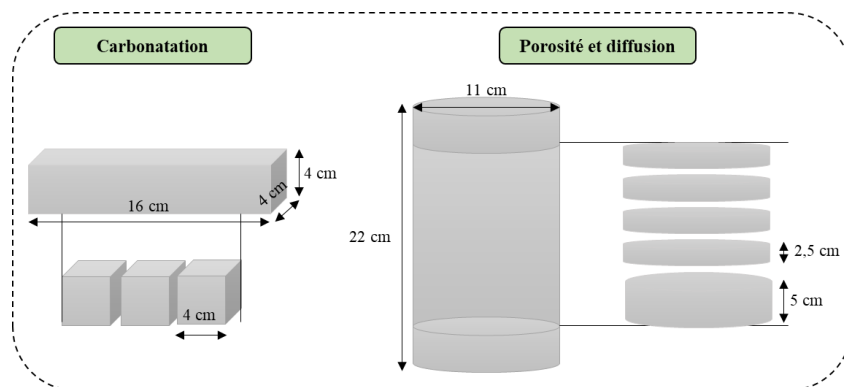


Figure 3.25 : Échantillons pour les essais de durabilité.

3.4.7.2. Porosité accessible à l'eau

La porosité est un paramètre clé qui régit de manière significative le comportement mécanique et la durabilité du béton. Dans cette étude, cet indicateur est mesuré conformément à la procédure détaillée par la norme française NF P18-459 [NF P18-459, 2022], moyennant quelques modifications. L'essai est réalisé sur des disques de 11 cm de diamètre et de 2,5 cm d'épaisseur. Pour démarrer le test de porosité, les échantillons cylindriques sont mis sous vide (sous une pression de 25 mbar) pendant 4 heures dans un dessiccateur, comme le montre la **Figure 3.26**, puis saturés d'eau pendant une semaine en maintenant la même pression (au lieu de 44 heures spécifiées par la norme). Le choix de l'épaisseur et de la période de saturation se justifie par la faible porosité de cette nouvelle génération de matrices cimentaires à très faible rapport E/L. Il est important de noter que la mesure des propriétés de transfert du béton à porosité extrêmement faible n'a pas été une tâche facile.

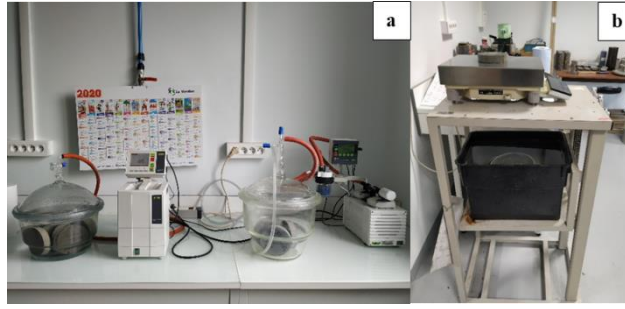


Figure 3.26 : (a) Saturation de l'échantillon (b) Pesée hydrostatique.

Après 168 h de saturation, les échantillons sont sortis du dessiccateur et une pesée hydrostatique est effectuée (**Figure 3.26**) ; on note M_{eau} la masse humide hydrostatique. À l'aide d'un chiffon, on s'assure rapidement et soigneusement que la surface de l'échantillon est mate, sans toutes fois retirer l'eau des pores, avant de procéder à une nouvelle pesée dans l'air (M_{air}). Puis, les disques sont complètement séchés dans une étuve à 105 °C. Après avoir obtenu une masse constante, le séchage est arrêté. À la sortie de l'étuve, les échantillons sont pesés ; on note M_S leurs masses sèches.

La porosité accessible à l'eau est évaluée en utilisant la relation suivante :

$$n (\%) = \frac{M_{air} - M_S}{M_{air} - M_{eau}} \times 100$$

3.4.7.3. Carbonatation accélérée

La carbonatation est la réaction chimique du CO_2 existant dans l'environnement avec des produits d'hydratation, tels que l'hydroxyde de calcium $\text{Ca}(\text{OH})_2$, en présence d'une humidité suffisante. Cette réaction produit de la calcite (CaCO_3) qui conduit à une diminution du pH du béton, entraînant un risque de corrosion des aciers et finalement de fissuration des structures en béton [Wang et al., 2015].

Dans ce travail de recherche, l'évaluation de cet indicateur de durabilité a été réalisée conformément à la norme française XP P18-458 [XP P18-458, 2022]. Pour chaque mélange de BUHP, des échantillons cubiques ($4 \times 4 \times 4 \text{ cm}^3$) sont placés dans une étuve à 45 °C pendant deux semaines, puis dans une cuve (**Figure 3.27**) soumise à une atmosphère contenant 50 % de CO_2 à 20 ± 1 °C et à 65 ± 5 % d'humidité relative pendant presque un an. La carbonatation se produit rarement sur le BUHP. Par conséquent, la période d'exposition a été prolongée afin de pouvoir comparer les formules entre elles. À l'âge du test, les échantillons sont récupérés, fendus et pulvérisés avec une solution colorante (Phénolphthaléine $\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$). La phénolphthaléine révèle l'interface entre la zone saine et la zone carbonatée grâce à la coloration en violet de la zone saine. La profondeur de carbonatation est alors déterminée en faisant la moyenne des mesures effectuées en différents points le long du bord de la zone incolore.

Il convient de noter que la pulvérisation à la phénolphthaléine ne donne pas une indication précise du front de dissolution de la Portlandite. Il est difficile de distinguer la profondeur de la carbonatation après la pulvérisation. Il est plus facile de mesurer cette profondeur sur des échantillons fraîchement fendus, avant d'utiliser la solution colorante. Pour quantifier avec précision la carbonatation, des analyses ATG ont été effectuées sur la partie carbonatée du béton afin de déterminer la quantité de CO_2 ayant pénétré dans l'échantillon.



Figure 3.27 : (a) Chambre de carbonatation (b) échantillons utilisés pour le test de carbonatation accélérée.

3.4.7.4. Diffusion des ions chlore

Après avoir découpé les cylindres $11 \times 22 \text{ cm}^2$ en plusieurs tranches, seul le disque central de 2,5 cm d'épaisseur de chaque éprouvette est utilisé pour l'essai de diffusion. Le test accéléré de migration des ions chlorure en régime non stationnaire sous champ électrique a été réalisé conformément à la norme française XP P18-462 [XP P18-462, 2022]. Cette méthode permet de déterminer un coefficient de diffusion apparent du chlorure (D_{app}) à partir de la mesure de la profondeur de pénétration des ions chlore (X_a) dans le matériau.

Pour commencer l'essai, les disques de 2,5 cm d'épaisseur sont placés sous vide pendant 4 heures. Ensuite, les échantillons ont été saturés pendant une semaine par une solution basique, constituée d'eau déminéralisée, d'hydroxyde de sodium (NaOH) et d'hydroxyde de potassium (KOH) de concentration 1 g/l et 4,65 g/l, respectivement. La saturation est effectuée à l'aide d'un dessiccateur et d'une pompe à vide (sous une pression de 25 mbar). Il est important de signaler ici que l'épaisseur du BUHP est réduite de deux fois, par rapport au béton ordinaire, et que la durée d'exposition à la solution basique est prolongée à une semaine pour assurer la saturation complète de l'échantillon. En raison du nombre limité de cellules et de la longue durée de l'essai (2 mois), les échantillons ont été testés après 9 mois d'hydratation pour s'assurer de la stabilité du développement de la microstructure.

Après saturation, chaque disque est enduit sur sa face latérale de deux couches de résine pour imposer une diffusion unidirectionnelle dans l'échantillon. Ensuite, le disque a été fixé de manière étanche (un joint de silicone est entreposé entre les compartiments de la cellule et la périphérie de l'éprouvette) dans la cellule de migration, présentée sur la **Figure 3.28**. Cette cellule est composée de deux compartiments cylindriques en PVC et plexiglas transparent d'une capacité de 1,82 l chacun. Ces deux compartiments sont ensuite serrés contre l'échantillon à l'aide de six tiges filetées. Le compartiment où est placée la cathode de la cellule est rempli d'une solution contenant du chlorure de sodium à 30 g/l, d'hydroxyde de sodium (NaOH) et d'hydroxyde de potassium (KOH) de concentration 1 g/l et 4,65 g/l, respectivement. La même solution exempte de chlorures de sodium est utilisée pour remplir le compartiment où est placée l'anode. Une différence de potentiel de 30 V a été appliquée pour accélérer le processus de migration des ions pendant deux mois. Tous les essais sont menés dans une salle climatisée à une température de $20 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$. L'essai débute lorsque le champ électrique est appliqué. La tension imposée est ajustée périodiquement au cours de l'essai.

Vers la fin du test, le disque de BUHP est coupé en deux parties, qui sont pulvérisées avec une solution de nitrate d'argent AgNO_3 (0,05 M). On observe alors une précipitation de chlorure d'argent blanc, indiquant la profondeur de pénétration des ions chlorure. Cette dernière permet de calculer le coefficient de diffusion apparent du chlorure.

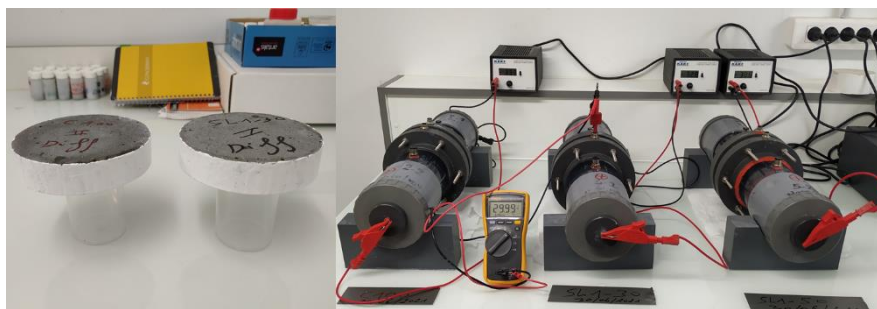


Figure 3.28 : Essai de diffusion des ions chlorure.

3.5. Conclusion

Ce chapitre de la thèse est une description détaillée des méthodes utilisées pour caractériser nos formulations de BUHP et de leurs matières premières. Les mélanges de BUHP ont été développés dans le but de réduire leur empreinte carbone, en remplaçant partiellement le ciment par des LHF.

À l'échelle du matériau, nous nous sommes intéressés au comportement à l'état frais de la matrice et à son évolution au cours du temps. Un mini-cône a été utilisé pour vérifier l'étalement. Afin de répondre à l'exigence de l'état frais, le dosage en SP a été ajusté pour obtenir la même valeur d'étalement (35 cm) qui reflète l'aptitude autoplaçante des mélanges conçus. La chaleur d'hydratation a été suivie par calorimétrie isotherme et semi-adiabatique. Des mesures des temps de prise ont été effectuées. Les mesures de retrait (chimique et volumique) ont également constitué une partie importante de ce travail.

Pour caractériser les performances, à l'état durci, des différents bétons étudiés, des essais mécaniques (compression et traction par fendage) ont été réalisés. Après les essais mécaniques, une analyse microstructurale a été menée (ATG, DRX, MEB, MET et PIM). Pour finir, nous avons détaillé les techniques d'évaluation des indicateurs de durabilité (la porosité accessible à l'eau, la carbonatation et la diffusion des ions chlore). Certaines modifications ont été apportées aux techniques adoptées, afin de répondre à la particularité des BUHP et leur très faible porosité. En effet, l'essai de porosité à l'eau a été réalisé sur des disques de 2,5 cm d'épaisseur et la période de saturation a été prolongée pour une semaine. Il était difficile de différencier le front de carbonatation après la pulvérisation, malgré la longue période d'exposition (presque un an) à 50 % de CO_2 . Des disques de 2,5 cm d'épaisseur saturés pendant une semaine par une solution basique ont été utilisés pour déterminer le coefficient de diffusion apparent du chlorure. Compte tenu de la résistance élevée du BUHP aux agents agressifs, la période d'exposition à la solution saline a été prolongée pour deux mois.

Références

- [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)] O.M. Abdulkareem, A. Ben Fraj, M. Bouasker, A. Khelidj, Mixture design and early age investigations of more sustainable UHPC, *Constr. Build. Mater.* 163 (2018) 235–246.
- [Ahmad *et al.*, 2019] S. Ahmad, K. O. Mohaisen, S. K. Adekunle, S.U. Al-Dulaijan, M. Maslehuddin, Influence of admixing natural pozzolan as partial replacement of cement and microsilica in UHPC mixtures, *Constr. Build. Mater.* 198 (2019) 437–444.
- [Ahmed *et al.*, 2021] T. Ahmed, M. Elchalakani, A. Karrech, M.S. Mohamed Ali, L. Guo, Development of ECO-UHPC with very-low-C3A cement and ground granulated blast-furnace slag, *Constr. Build. Mater.* 284 (2021) 122787.
- [Arora *et al.*, 2019] A. Arora, A. Almajid, F. Kianmofrad, B. Mobasher, N. Neithalath, Material design of economical ultra-high performance concrete (UHPC) and evaluation of their properties, *Cem. Concr. Compos.* 104 (2019) 103346.
- [Bahedh et Jaafar, 2018] M.A. Bahedh, M.S. Jaafar, Ultra high-performance concrete utilizing fly ash as cement replacement under autoclaving technique. *Case Stud. Const. Mat.* 9 (2018) e00202.
- [Baroghel et Kheirbek, 2001] V. Baroghel-Bouny, A. Kheirbek, Effect of mix-parameters on autogenous deformations of cement pastes—microstructural interpretations, *Concr. Sci. Eng.* 3 (9) (2001) 23–38.
- [Bouasker *et al.*, 2008 (a)] M. Bouasker, P. Mounanga, P. Turcry, A. Loukili, A. Khelidj, Chemical shrinkage of cement pastes and mortars at very early age: Effect of limestone filler and granular inclusions. *Cem. Concr. Compos.* 30 (2008) 13–22.
- [Bouasker *et al.*, 2008 (b)] M. Bouasker, P. Mounanga, A. Khelidj, R. Coué, Déformations endogènes de pâtes de ciment au très jeune âge, *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, 12 (4) (2008) 347–365.
- [Cherkaoui, 2010] K. Cherkaoui, Caractérisation de la microstructure et comportement à court et long terme d'un Béton de Poudre réactive, Université d'Evry, France, Doctoral Thesis, 2010.
- [Dreux et Festa, 1998] G. Dreux, J. Festa, Nouveau guide du béton et de ses constituants. Eyrolles, 1998.
- [EN 12350-8, 2019] EN 12350-8, testing fresh concrete – Part 8: self-compacting concrete – Slump-flow test, 2019, European Standard.
- [EN 196-3, 2017] EN 196-3: Methods of testing cement – Part 3: determination of setting times and soundness, 2017, European Standard.
- [EN 196-9, 2010] EN 196-9, Methods of testing cement – Part 9: heat of hydration – Semi adiabatic method, 2010, European Standard.
- [Lee *et al.*, 2001] H. K. Lee, K. M. Lee, B. G. Kim, Autogenous shrinkage of high-performance concrete containing fly ash, *Magazine of Concrete Research*, 55 (6) 2003 507–515.
- [Mounanga *et al.*, 2004] P. Mounanga, A. Khelidj, A. Loukili, V. Baroghel-Bouny, Predicting $\text{Ca}(\text{OH})_2$ content and chemical shrinkage of hydrating cement pastes using analytical approach, *Cem. Concr. Res.* 34 (2004) 255–265.
- [Mounanga *et al.*, 2011] P. Mounanga, M.I. Ahmad Khokhar, R. El Hachem, A. Loukili, Improvement of the early-age reactivity of fly ash and blast furnace slag cementitious systems using limestone filler. *Mater. Struct.* 44 (2011) 437–453.
- [Mounanga *et al.*, 2012] P. Mounanga, K. Cherkaoui, A. Khelidj, M. Courtial, M.-N. de Noirfontaine, F. Dunstetter, Extrudable reactive powder concretes hydration, shrinkage and transfer properties, *Eur. J. Environ. Civ. Eng.* 16 (2012) 99–114.
- [NF EN 12390-6, 2012] EN 12390-6, Essais pour béton durci – Partie 6: Détermination de la résistance en traction par fendage d'éprouvettes, 2012.
- [NF EN 196-1, 2016] EN 196-1, Méthodes d'essais des ciments – Partie 1: Détermination des résistances, 2016.
- [NF P18-459, 2022] [NF P18-459, Béton – Essai pour béton durci – Essai de porosité et de masse volumique, 2022.
- [Richard et Cheyrezy, 1995] P. Richard, M. Cheyrezy, Composition of reactive powder concretes, *Cem. Concr. Res.* 25 (7) (1995) 1501–1511.
- [Stephant, 2015] S. Stephant, Etude de l'influence de l'hydratation des laitiers sur les propriétés de transfert gazeux dans les matériaux cimentaires. Chimie théorique et/ou physique. Université de Bourgogne, 2015. France.
- [Toledo Filho *et al.*, 2012] R.D. Toledo Filho, E.A.B. Koenders, S. Formagini, E.M.R. Fairbairn, Performance assessment of Ultra-High Performance Fibre Reinforced Cementitious Composites in view of sustainability, *Mater. Des.* 36 (2012) 880–888.
- [Wang *et al.*, 2015] D. Wang, C. Shi, Z. Wu, J. Xiao, Z. Huang, Z. Fang, A review on ultra high performance concrete: Part II. Hydration, microstructure and properties, *Constr. Build. Mater.* 96 (2015) 368–377.
- [XP P18-458, 2022] XP P18-458, Essai pour béton durci – Essai de carbonatation accélérée – Mesure de l'épaisseur de béton carbonate, 2022.
- [XP P18-462, 2022] XP P18-462, Essai sur béton durci – Essai accéléré de migration des ions chlorure en régime non-stationnaire – Détermination du coefficient de diffusion apparent des ions chlorure, 2022.
- [Zhou *et al.*, 2022] Y. Zhou, S. Pu, F. Han, H. Zhang, Z. Zhang, Effect of ultrafine slag on hydration heat and rheology properties of Portland cement paste, *Powder Technology* 405 (2022) 117549.

DEUXÈME PARTIE : PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

Chapitre 4 : **PROPRIÉTÉS AU JEUNE ÂGE DES BUHP**

[Ce chapitre est une traduction enrichie d'un article publié dans la revue internationale
"Construction and Building Materials"]

[Moula *et al.*, 2023 (a)] S. Moula, A. Ben Fraj, T. Wattez, M. Bouasker, N. Bel Hadj Ali, The very early-age behaviour of Ultra-high performance concrete containing ground granulated blast furnace slag, *Constr. Build. Mater.* 400 (2023) 132630, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.132630>.

Table des matières

DEUXÈME PARTIE : PROGRAMME EXPÉRIMENTAL	126
<i>Chapitre 4 : Propriétés au jeune âge des BUHP</i>	129
4.1. Introduction.....	129
4.2. Réactivité des laitiers	129
4.2.1. Chaleur d'hydratation des pâtes étudiées	130
4.2.2. Retrait chimique des pâtes étudiées.....	132
4.2.3. Retrait endogène des pâtes étudiées	133
4.2.4. ATG des pâtes étudiées	135
4.2.5. Résistance à la compression des pâtes étudiées.....	137
4.2.6. Synthèse des résultats sur les pâtes pures.....	138
4.3. Propriétés au jeune âge des BUHP	139
4.3.1. Maniabilité des BUHP	139
4.3.2. Chaleur d'hydratation des BUHP.....	141
4.3.3. Temps de prise Vicat des BUHP	145
4.3.4. Retrait chimique des BUHP	147
4.3.5. Retrait endogène des BUHP.....	149
4.3.6. Analyse croisée	152
4.4. Conclusion	155
Références.....	157

Liste des figures

Figure 4.1 : (a) Flux de chaleur de réaction et (b) chaleur de réaction des pâtes de ciment et de laitier.	131
Figure 4.2 : Évolution du retrait chimique des pâtes étudiées.....	133
Figure 4.3 : Évolution du retrait endogène des pâtes étudiées.	134
Figure 4.4 : (a) Résultats de perte de masse et (b) DTG des différentes pâtes étudiées à 3 jours.	135
Figure 4.5 : Évolution de la teneur en Portlandite en fonction du temps des différentes pâtes.....	135
Figure 4.6 : Évolution de la résistance à la compression des pâtes étudiées.	137
Figure 4.7 : Dosages de SP requis pour un étalement de 35 cm.	140
Figure 4.8 : Flux de chaleur de réaction des BUHP.....	141
Figure 4.9 : Évolution du dégagement de chaleur de réaction des BUHP.	142
Figure 4.10 : Flux de chaleur des mélanges Ref _{SF} et SL2-30 _{SF} avec différents dosages de SP.....	145
Figure 4.11 : Évolution du retrait chimique des BUHP.	147
Figure 4.12 : Évolution du retrait endogène des BUHP : (a) pour les premiers 7 jours et (b) pour les premières 24 heures.	149
Figure 4.13 : Évolution du retrait endogène des BUHP sur un mois.	151
Figure 4.14 : Retrait chimique en fonction de la chaleur d'hydratation des BUHP.	152
Figure 4.15 : Cinétiques des déformations et de flux de chaleur d'hydratation de Ref _{SF}	153
Figure 4.16 : Retrait chimique des BUHP avec le "temps-zéro" (le temps de début de prise).....	154
Figure 4.17 : Retrait endogène des BUHP avec le "temps-zéro" (le temps de début de prise).	154

Liste des Tableaux

Tableau 4.1 : indice de basicité et indice d'activité des laitiers étudiés.....	130
Tableau 4.2 : Récapitulatif des caractéristiques d'hydratation des pâtes étudiées.....	131
Tableau 4.3 : Teneurs en Portlandite des pâtes étudiées ($\pm 0,1$ %).	136
Tableau 4.4 : Données détaillées de la Figure 6.	138

Tableau 4.5 : Caractéristiques d'hydratation des mélanges BUHP.....	142
Tableau 4.6 : Temps de prise Vicat des mélanges testés.	145

Chapitre 4 : Propriétés au jeune âge des BUHP

Dans cette partie, le chapitre quatre porte sur l'analyse et l'interprétation des résultats expérimentaux qui concernent principalement l'effet de la finesse et du dosage du laitier sur les propriétés au jeune âge des BUHP. Au préalable, les résultats de la campagne expérimentale menée sur quatre pâtes de ciment et de laitier, en substitution complète du ciment, seront également présentés afin d'évaluer la réactivité du laitier.

4.1. Introduction

Dès les premières heures après sa fabrication, le béton, à l'abri de tout séchage, est soumis à une variation de volume appelée retrait endogène. Cette déformation est une propriété commune à toutes les matrices cimentaires. Elle résulte du phénomène de contraction de Le Chatelier et de la consommation de l'eau par les réactions d'hydratation qui entraîne une désaturation du réseau poreux. Le retrait endogène est tout particulièrement critique au très jeune âge des matériaux à matrices cimentaires à faible rapport E/C et constitue même une cause de fissuration précoce du matériau.

En raison de la présence d'une fraction élevée de particules fines, d'un faible rapport E/L et de l'absence de granulats grossiers dans le BUHP [Cheyrezy *et al.*, 1995], le risque d'un retrait élevé ne peut être exclu. En général, un tel retrait élevé entraîne des contraintes résiduelles qui peuvent provoquer des fissures et nuire davantage à la durabilité du BUHP. Plusieurs recherches ont montré que le retrait endogène se produit principalement au jeune âge dans des conditions endogènes (isothermes et sans échange hydrique) [Baroghel et Kheirbek, 2001]. Récemment et avec l'utilisation du BUHP à faible rapport E/L, étudier le retrait endogène dès les premières heures d'hydratation est devenue de plus en plus primordial.

Dans ce chapitre, nous présentons tout d'abord les résultats expérimentaux relatifs à l'étude de la réactivité du laitier afin de mieux comprendre les mécanismes à l'origine du retrait endogène. Ensuite, nous nous intéressons aux propriétés au jeune âge des BUHP à base de laitier. Les résultats des essais de caractérisation au jeune âge (dès la fin du malaxage) seront présentés : (i) la maniabilité en mesurant l'étalement au mini-cône, (ii) le dégagement de chaleur suivi par microcalorimétrie isotherme, (iii) le temps de prise avec l'essai Vicat et (iiii) la variation des retraits chimique et volumique endogène.

4.2. Réactivité des laitiers

La réactivité du laitier est considérée comme un paramètre très important pour évaluer la performance des matériaux à base de ciment. Contrairement à la plupart des additions, le laitier possède à la fois des propriétés hydrauliques et pouzzolaniques [Ahmed *et al.*, 2021]. La première propriété (hydraulicité) est liée à sa réaction avec l'eau, qui forme des hydrates mécaniquement résistants. La seconde (pouzzolanité) concerne sa réaction avec la Portlandite pour générer également des produits mécaniquement résistants.

Cette partie du chapitre traite de l'étude de la réactivité des trois laitiers (SL1 (420 m²/kg), SL2 (700 m²/kg) et SL3 (1576,8 m²/kg)) afin d'estimer leur contribution au développement des résistances mécaniques lors de leur incorporation en tant qu'ajout minéral. Afin d'évaluer la réactivité du laitier, plusieurs facteurs doivent être pris en compte. Il a été souligné dans la partie bibliographique que la réactivité du laitier est largement liée à la composition chimique. Le calcul de l'indice de basicité (CaO/SiO₂) permet d'évaluer le caractère hydraulique du laitier. Pour une bonne activité hydraulique, cet indice doit être proche de 1,3 [Divet et le Roy, 2013]. Selon la norme européenne relative au laitier de haut fourneau [NF EN 15167-1, 2006], l'activité hydraulique est déterminée par le calcul de l'indice

d'activité, qui est le rapport, à une échéance donnée, de la résistance à la compression d'un mortier dont la partie liante est composée de 50 % de laitier et de 50 % de ciment Portland témoin, à celle obtenue au même âge sur un mortier témoin issu du même ciment. Pour l'utilisation d'un laitier granulé de haut fourneau moulu, la norme exige que cet indice d'activité ne soit pas inférieur à 0,45 et 0,7 à 7 et 28 jours respectivement. Le calcul de ces deux indices a été effectué pour les deux laitiers SL1 et SL2 (**Tableau 4.1**). Seul l'indice de basicité a été calculé pour le laitier ultrafin (SL3).

Tableau 4.1 : indice de basicité et indice d'activité des laitiers étudiés.

Laitiers		SL1	SL2	SL3
Indice de basicité		1,16	1,2	1,15
Indice d'activité	7 jours	0,7	0,93	-
	28 jours	0,93	1,12	-

Les laitiers utilisés dans cette étude sont de basicité modérée ($\text{CaO/SiO}_2 = 1,1$ à $1,2$) [Divet et Le Roy, 2013]. SL1 et SL2 ont un indice d'activité à 7 et 28 jours conforme à la norme. D'un point de vue granulométrie, il est bien admis que plus le laitier est fin, plus sa réactivité est élevée et, par conséquent, plus les résistances mécaniques sont élevées. En effet, en augmentant la finesse, on augmente la surface de contact entre les phases vitreuses du laitier et l'eau, voire l'agent activant en cas d'activation. Il est important de noter que broyer finement le laitier permet de rendre accessible les nodules de chaux et les silicates de calcium pour que les propriétés d'activation basique et d'hydraulicité puissent être possibles. La norme [NF EN 15167-1, 2006] indique qu'une finesse minimale du laitier de $275 \text{ m}^2/\text{kg}$ est requise. De nombreuses études ont tenté de relier les propriétés du laitier, en particulier sa finesse, directement à la résistance ou de développer une relation qui puisse expliquer ou prédire la résistance observée du béton incorporant du laitier [Gupta, 2016]. En général, l'augmentation de la finesse conduit à un meilleur développement de la résistance, mais dans la pratique, la finesse est limitée par des considérations économiques et de performance et des facteurs tels que la rhéologie, le temps de prise et le retrait. Récemment, Zhou *et al.* [Zhou *et al.*, 2022] ont constaté que l'ajout de laitier ultrafin réduit considérablement la fluidité de la pâte composite. Les diagrammes DRX, présentés dans le troisième chapitre, sont caractéristiques d'un matériau vitreux. Les laitiers utilisés sont parfaitement vitrifiés. Ils remplissent les conditions d'un matériau pouzzolanique (forte proportion de silice et éventuellement d'alumine, forte proportion de phase vitreuse et grande surface spécifique). La silice réactive (amorphe) réagit avec la Portlandite (Ca(OH)_2) en présence d'eau pour former des C-S-H. La prise pouzzolanique est plus lente que la prise hydraulique car il faut une quantité suffisante de Portlandite pour démarrer la réaction.

Les caractérisations chimique, granulométrique et minéralogique des laitiers étudiés ont permis de montrer qu'ils présentent des possibilités de valorisation dans le domaine des matériaux cimentaires grâce à des granulométries adaptées, des compositions chimiques proches des ciments et de bons états de surface pour cette application. Ce type de coproduit, incorporé dans la formulation du béton, a pour objectif de participer à la prise et au développement des résistances mécaniques de ce matériau à matrice cimentaire. Dans cette première partie, la réactivité des trois laitiers étudiés a été évaluée au moyen d'une campagne expérimentale menée sur quatre pâtes de ciment et de laitier. Les résultats de cette étude seront détaillés dans les paragraphes suivants.

4.2.1. Chaleur d'hydratation des pâtes étudiées

Pour clarifier l'influence de la finesse du laitier sur le processus d'hydratation, des tests de microcalorimétrie isotherme ont été réalisés pour les différentes pâtes préparées. Les résultats du flux de chaleur de réaction et de la chaleur d'hydratation cumulée des différents échantillons incorporant du ciment Portland ordinaire (P-OPC), du laitier ordinaire (P-SL1), du laitier superfin (P-SL2) et du laitier

ultrafin (P-SL3) sont présentés sur la **Figure 4.1**. Le **Tableau 4.2** résume les valeurs caractéristiques mesurées des courbes de microcalorimétrie isotherme. Tous les résultats sont exprimés par gramme de liant.

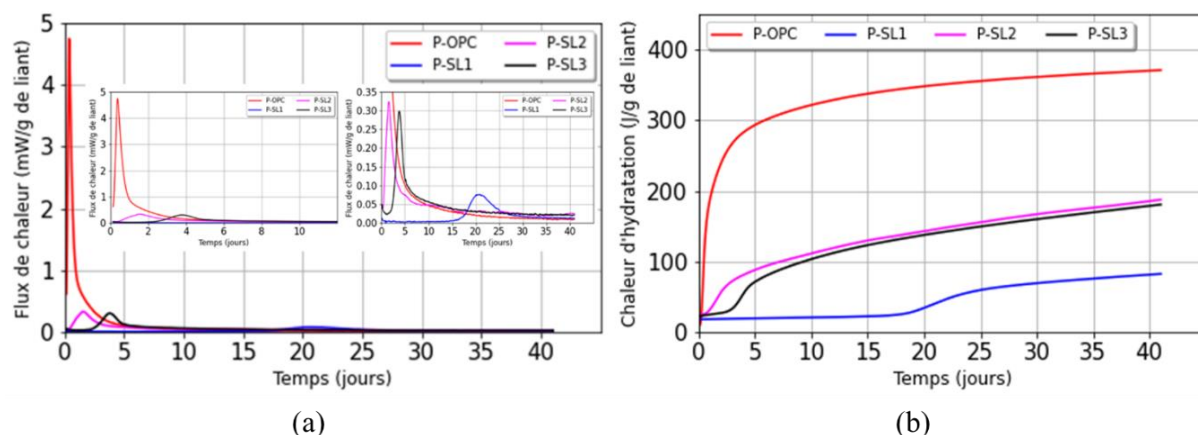


Figure 4.1 : (a) Flux de chaleur de réaction et (b) chaleur de réaction des pâtes de ciment et de laitier.

Tableau 4.2 : Récapitulatif des caractéristiques d'hydratation des pâtes étudiées.

Pâtes	Chaleur de réaction cumulée		Temps du pic de flux de chaleur		Intensité maximale du flux de chaleur	
	Valeur mesurée Q_{max} (J/g liant)	Valeur normalisée	t_{max} (h)	Valeur normalisée	Valeur mesurée I_{max} (mW/g liant)	Valeur normalisée
		$\frac{Q_{max}}{Q_{max}(Ref)} (-)$		$\frac{t_{max}}{t_{max}(Ref)} (-)$		$\frac{I_{max}}{I_{max}(Ref)} (-)$
P-OPC (Réf)	371,2	1	9	1	4,7	1
P-SL1	82,1	0,22	502	55,78	0,08	0,02
P-SL2	187,4	0,50	37,6	4,18	0,32	0,07
P-SL3	180,4	0,49	90,3	10,03	0,3	0,06

Selon la plupart des études, le processus d'hydratation des matériaux à base de ciment Portland peut être divisé en cinq étapes : une période d'évolution rapide de la chaleur, une période dormante avec une faible évolution de la chaleur, une étape d'accélération des réactions de C_3S et C_3A pendant quelques heures, une période de décélération où l'évolution de la chaleur dégagée s'abaisse pour atteindre une valeur constante dans l'étape cinq avec un taux d'hydratation négligeable [Yang et al., 2018]. La **Figure 4.1 (a)** montre que la pâte de référence (P-OPC) présente une période d'induction plus faible avec une évolution plus rapide de l'hydratation. En raison de l'hydratation très rapide du C_3A , qui produit de l'ettringite, le premier pic exothermique de l'hydratation de P-OPC, survenant au cours de la période initiale, n'est pas représenté sur la **Figure 4.1 (a)**. La formation d'ettringite par la dissolution du C_3A est considérée comme la principale raison du premier pic exothermique [Wang, 2021].

Il est évident que le CPO se caractérise par un processus d'hydratation rapide. Sa chaleur de réaction exothermique atteint environ 30 % de sa valeur maximale (mesurée à 40 jours) à 12 heures d'âge et 64 % après 48 heures, comme le montre la **Figure 4.1 (b)**. Contrairement au ciment qui s'hydrate par simple ajout d'eau, le laitier de haut fourneau vitrifié n'est rapidement soluble que dans une eau alcalinisée et a donc besoin d'un agent activateur pour développer une cinétique d'hydratation qui réponde à l'objectif souhaité (performance acceptable). Ceci est clairement observé sur la **Figure 4.1 (a)**. Les pics n'apparaissent qu'après au moins 37 heures pour les pâtes contenant 100 % de laitier. Cette observation peut s'expliquer par la différence de finesse des liants utilisés et, par conséquent, par la différence de réactivité, qui est fortement liée au mécanisme d'hydratation. Il convient de noter que la substitution totale du ciment par le laitier a considérablement réduit l'intensité du pic de flux de chaleur et la chaleur

d'hydratation cumulée. Le **Tableau 4.2** révèle que les intensités du pic de flux de chaleur de P-OPC, de P-SL1, de P-SL2 et de P-SL3 sont respectivement de 4,7, 0,08, 0,32 et 0,3 mW/g de liant, et les temps nécessaires pour atteindre ces valeurs sont de 9, 502, 37,6 et 90,3 heures. La chaleur totale de réaction est passée de 371,2 J/g de liant pour l'échantillon de référence à 82,1 J/g pour P-SL1, 187,4 J/g pour P-SL2 et 180,4 J/g pour P-SL3. Il a été démontré que les réactions hydrauliques et pouzzolaniques dans un système cimentaire à base de laitier libèrent moins de chaleur que l'hydratation du ciment Portland [Mounanga *et al.*, 2011]. La présence de laitier dans une matrice cimentaire entraîne une réduction de la quantité de chaleur dégagée par rapport au ciment Portland. Ceci est directement lié à l'effet de dilution du laitier et à sa réaction lente [Ben Fraj *et al.*, 2019].

En raison de sa très faible réactivité, le laitier ordinaire tend à retarder l'hydratation, ce qui à son tour réduit considérablement la quantité d'hydrates formés, et une réduction de la résistance à la compression, en particulier au jeune âge, peut être observée. Bien que le LHF ait une réactivité hydraulique, due principalement à l'hydratation du silicate de calcium, il présente cependant une part inerte importante, qui est composée d'éléments riches en fer. Cette part inerte a un impact sur l'activité du laitier et peut altérer ses propriétés mécaniques lorsqu'il est utilisé dans la formulation de produits cimentaires en remplacement du ciment. La **Figure 4.1 (b)** montre clairement que le dégagement de chaleur de P-SL2 et P-SL3 est significativement plus élevé que celui de la pâte contenant du laitier ordinaire (P-SL1). SL2 et SL3 ont une surface spécifique plus importante que SL1, ce qui se traduit par une énergie de surface plus élevée du laitier [Zhou *et al.*, 2022]. Les laitiers à haute finesse ont montré une activité plus élevée que le laitier à finesse ordinaire, et commencent à s'hydrater à un stade précoce. Cette observation est en accord avec les résultats de l'étude de Li *et al.* [Li *et al.*, 2021] qui ont rapporté que le laitier avec un $D_{50} < 4,3 \mu\text{m}$ présente une activité beaucoup plus élevée que celle du laitier classique. En outre, les particules très fines de laitier agissent comme de sites de nucléation pour les produits d'hydratation et augmentent la chaleur d'hydratation. SL2 et SL3 présentent pratiquement le même profil de caractéristiques d'hydratation, avec une différence dans le temps nécessaire pour atteindre le pic d'hydratation maximal.

On s'attendait à ce que la matrice incorporant les particules de SL3 s'hydrate plus rapidement que P-SL2, mais cet effet d'accélération n'était pas visible. Il est intéressant de noter que la finesse du laitier peut influencer la cinétique d'hydratation de différentes manières. L'utilisation de SL3 réduit considérablement la fluidité de la pâte. Cet effet négatif sur le comportement rhéologique de la pâte peut également impacter le processus d'hydratation. Les forces d'attraction interparticulaires augmentent avec la diminution de la taille des particules et favorisent les agglomérations. Dans ce cas, les particules ultrafines sont collées les unes aux autres et se comporteraient comme des laitiers grossiers.

4.2.2. Retrait chimique des pâtes étudiées

Cette section traite de l'influence du remplacement total du ciment par du laitier de trois finesse différentes sur le développement du retrait chimique. La contraction de Le Chatelier se produit parce que le volume absolu des produits d'hydratation est inférieur à celui des réactifs (liant et eau). Il convient de noter que très peu d'études ont été menées sur le retrait chimique des liants multi-composants [Bouasker *et al.*, 2014 ; Ben Fraj *et al.*, 2019]. La **Figure 4.2** illustre l'évolution du retrait chimique des différentes pâtes examinées en fonction du temps.

Comme indiqué précédemment, P-OPC a présenté le taux d'hydratation le plus élevé. Par conséquent, cette pâte montre un retrait chimique significatif sur l'ensemble de la période d'étude. Sa valeur est d'environ 47,4 mm³/g de liant à 14 jours d'hydratation. Les particules de ciment réagissent rapidement avec l'eau de gâchage pour générer des hydrates. Ceci explique l'augmentation rapide du retrait chimique. La valeur du retrait chimique de la pâte de référence atteint environ 31 % de sa valeur

maximale après 12 heures d'hydratation et 70 % après 48 heures, comme le montre la **Figure 4.2**. Cette observation est en accord avec les résultats de la chaleur d'hydratation. Ben Fraj *et al.* [Ben Fraj *et al.*, 2019] ont mesuré une valeur de retrait chimique de 45 mm³/g de ciment à 192 h pour un mortier de référence fabriqué avec un CEM I 52,5 N PM ES et un rapport E/L égal à 0,48. Il est clair que les pâtes de laitier présentent un retrait chimique plus faible que l'échantillon de référence. Par exemple, à l'âge de 14 jours, le retrait chimique de P-SL1, P-SL2 et P-SL3 a diminué de 82 %, 52 % et 44 %, respectivement, par rapport à P-OPC. Les résultats obtenus sont liés à l'hydratation lente des pâtes à base de laitiers. Dans la matrice P-OPC, plus de produits d'hydratation ont été créés, tandis que dans le cas du remplacement du ciment par du laitier, différents hydrates ont été générés avec un volume inférieur à celui des hydrates conventionnels. On peut donc en déduire que les pâtes incorporant 100 % de LHF présentent moins de retrait chimique pendant toute la période en raison de la faible réactivité de cet ajout minéral par rapport au CPO.

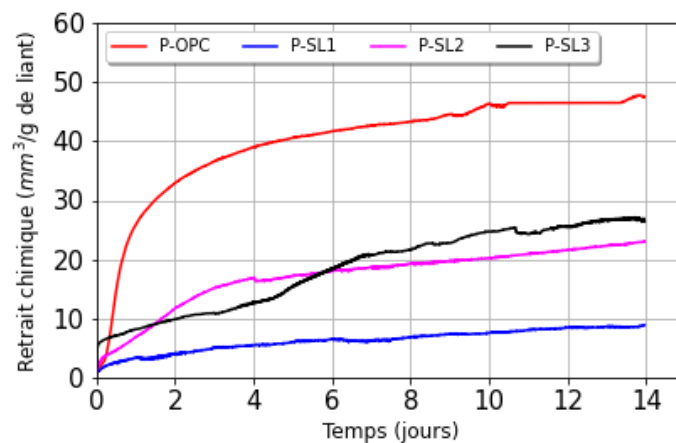


Figure 4.2 : Évolution du retrait chimique des pâtes étudiées.

En ce qui concerne l'effet de la finesse, on constate que l'augmentation de la surface spécifique du laitier favorise le processus d'hydratation des pâtes à base de LHF et augmente donc le retrait chimique. Comme pour le test de microcalorimétrie, le laitier superfin et le laitier ultrafin présentent un profil de retrait chimique similaire avec une légère différence. Il est intéressant de noter que l'effet de remplissage du laitier à haute finesse peut modifier la réaction de la pâte par son rôle physique et favoriser une hydratation précoce. En conséquence, le retrait chimique augmente. Ceci peut être attribué à la fois à l'effet physique et aux réactions du laitier [Bouasker *et al.*, 2014]. Mounanga *et al.* [Mounanga *et al.*, 2011] ont rapporté que l'effet de nucléation conduit à une réactivité plus élevée du mélange au jeune âge. Les surfaces spécifiques de SL2 et SL3 sont plus élevées que SL1, ce qui peut fournir des sites de nucléation supplémentaires pour les produits d'hydratation, accélérer le processus d'hydratation et contribuer à la réduction des pores [Holt, 2001]. Un point important à noter est que le laitier ultra fin présente le retrait chimique le plus élevé au cours des premières minutes. La valeur atteinte après une heure est de 5,5 mm³/g de liant.

4.2.3. Retrait endogène des pâtes étudiées

Parmi les différents facteurs qui influencent le retrait du béton à base de laitier, la finesse et la teneur en laitier sont probablement les plus importants à considérer. Le retrait endogène est connu pour être l'un des principaux phénomènes responsables de la (micro) fissuration prématurée des matériaux à base de ciment. Il est donc nécessaire de comprendre ce problème de grande importance pour mieux contrôler la durabilité, qui dépend largement des variations dimensionnelles des matrices cimentaires au jeune âge. Cette section traite des effets du remplacement total du ciment par du laitier de trois finesse

différentes sur le retrait endogène. La **Figure 4.3** présente l'évolution du retrait endogène volumique pour les différentes pâtes étudiées.

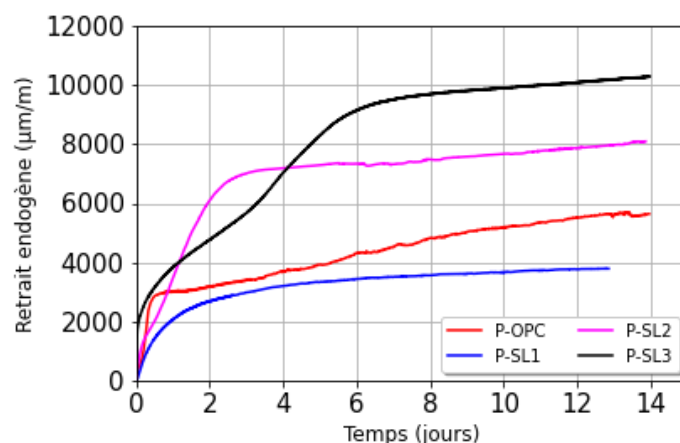


Figure 4.3 : Évolution du retrait endogène des pâtes étudiées.

La **Figure 4.3** montre que la courbe de retrait endogène de la pâte P-OPC présente une croissance rapide au cours de la première période. Sa valeur est de 3026 $\mu\text{m/m}$ à 24 heures, soit 54 % de sa valeur maximale à 14 jours. Le retrait atteint une valeur de 4512 $\mu\text{m/m}$ à 7 jours. Le retrait endogène important est attribué au volume élevé de la pâte. La vitesse de réaction d'hydratation du matériau cimentaire est bien connue pour être la principale raison de l'auto-dessiccation interne [Caixia *et al.*, 2018]. La réaction d'hydratation précoce entraîne une consommation rapide de l'eau libre interne et l'effet d'auto-dessiccation se développe également rapidement. Au fur et à mesure que l'âge avance, le taux d'hydratation diminue et tend à se stabiliser, l'effet d'auto-dessiccation diminue également et tend à se stabiliser.

Dans les mêmes conditions (rapport E/L de 0,4), la substitution totale du ciment par SL1 conduit à une réduction du retrait endogène pendant toute la période d'investigation. Cette tendance est en accord avec les résultats du retrait chimique. Il a été constaté que la vitesse de réaction du laitier ordinaire est lente et que, par conséquent, sa consommation d'eau est également lente. Cela signifie que les effets des dépressions capillaires, dus à la consommation d'eau des pores par les réactions d'hydratation, ne sont pas assez importants pour induire un retrait endogène significatif. La valeur maximale est d'environ 3785 $\mu\text{m/m}$ (à 14 jours). La valeur de retrait de P-SL1 est de 3501 $\mu\text{m/m}$ à 7 jours. Comme observé, la finesse du laitier a un impact considérable sur le retrait. L'incorporation de SL2 ou SL3, en remplacement total du ciment, augmente le retrait endogène car la densité de ces minéraux est inférieure à celle du ciment (les volumes de P-SL2 et P-SL3 sont supérieurs au volume de P-OPC). Jusqu'à l'âge de 4 jours, P-SL2 et P-SL3 présentent des déformations comparables. Le fort retrait de la pâte P-SL3 pendant les premières heures peut être expliqué par la consommation rapide de l'eau par les particules ultrafines. L'augmentation de la finesse du laitier peut accélérer le taux de consommation d'eau et réduire rapidement le rayon des pores capillaires, augmentant ainsi le développement du retrait endogène. Les valeurs de retrait endogène de P-SL2 et P-SL3 sont respectivement de 8077 et 10258 $\mu\text{m/m}$ à 14 jours. À 7 jours, P-SL2 et P-SL3 ont un retrait endogène de 7320 et 9505 $\mu\text{m/m}$, respectivement. La finesse du laitier peut modifier la structure des pores, ce qui est étroitement liée au retrait endogène [Yang *et al.*, 2019 (a)]. Comme prévu, les résultats indiquent un retrait endogène très élevé pour la pâte contenant du SL3. Il est bien connu que le retrait endogène dû à l'auto-dessiccation est principalement lié aux structures des pores fins. Ainsi, les additions minérales contenant plus de pores fins sont plus sensibles à l'auto-dessiccation et par conséquent au retrait endogène [Ghafari *et al.*, 2016]. Il convient de souligner que la réaction pouzzolanique du laitier augmente la consommation d'hydroxyde de calcium, qui à son

tour augmente la consommation d'eau. La consommation d'eau plus élevée entraîne une auto-dessiccation plus importante. Par conséquent, les réactions du LHF augmentent le retrait endogène en raison de l'affinement de la structure des pores et de l'épuisement plus important de l'eau [Liu *et al.*, 2018].

4.2.4. ATG des pâtes étudiées

Pour mieux comprendre les réactions chimiques des laitiers au cours de l'hydratation, une analyse thermogravimétrique des pâtes hydratées a été réalisée. Le but de ce test est de caractériser les différentes formulations par la mesure directe de la perte de masse en fonction de la température. La **Figure 4.4** présente les courbes d'analyse thermique de différentes pâtes étudiées à l'âge de 3 jours. La quantification de l'hydroxyde de calcium $\text{Ca}(\text{OH})_2$ a été obtenue à partir du calcul de la perte de masse entre 410 °C et 520 °C. La quantité de Portlandite formée, qui reflète le caractère d'hydratation des liants, est estimée par la quantification de la perte de masse due à l'évaporation de l'eau liée aux hydrates dans la plage de températures indiquée précédemment. La **Figures 4.5** montre l'évolution de la teneur en (CH) au sein des différentes pâtes. Les teneurs en CH calculées sont présentées dans le **Tableau 4.3**.

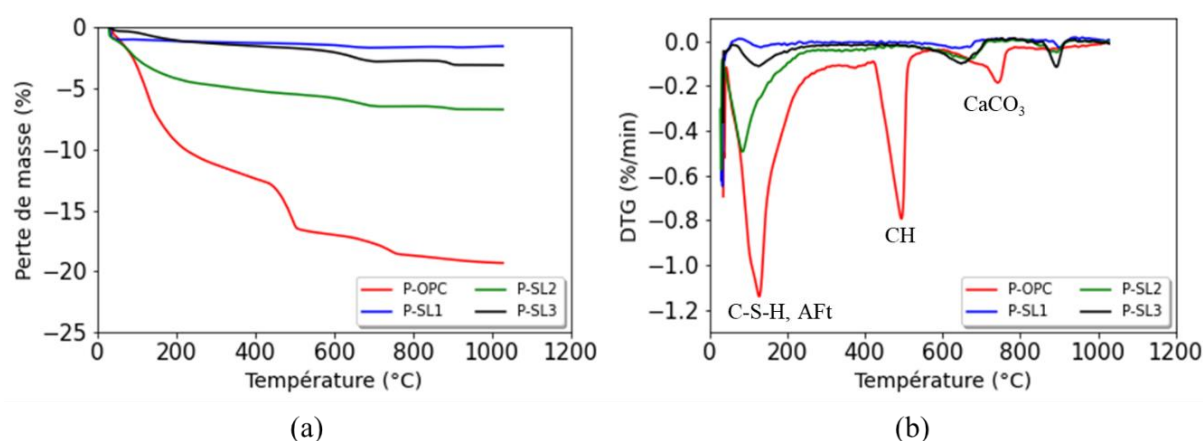


Figure 4.4 : (a) Résultats de perte de masse et (b) DTG des différentes pâtes étudiées à 3 jours.

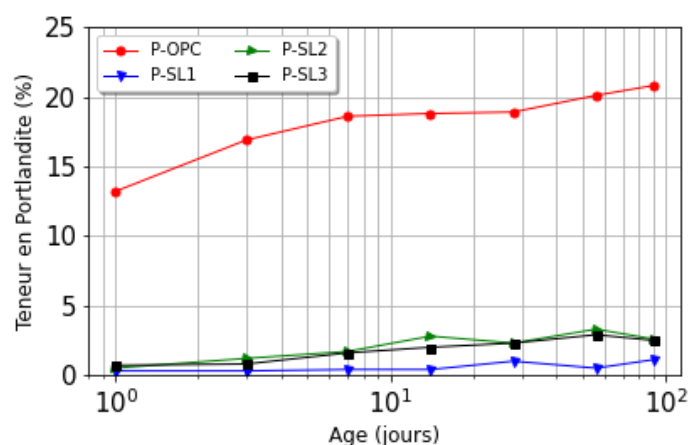


Figure 4.5 : Évolution de la teneur en Portlandite en fonction du temps des différentes pâtes.

Le premier pic détecté en dessous de 200 °C est principalement dû à la déshydratation de plusieurs hydrates tels que les C-S-H, l'ettringite, le monosulfoaluminate, le gypse et le monocarbonate [Wongkeo *et al.*, 2013]. La **Figure 4.4 (b)** montre clairement que la perte de masse de P-OPC due à la déshydratation de C-S-H et d'AFt est plus importante que celle des pâtes à base de laitier. P-SL2 présente

un pic plus prononcé que P-SL1 et P-SL3. Cela implique la présence de plus de C-S-H et d'AFt dans P-OPC que dans P-SL1, P-SL2 et P-SL3, et la présence plus faible de C-S-H et d'AFt dans P-SL1 et P-SL3 que dans P-SL2. Le deuxième pic indiquant la décomposition du Ca(OH)_2 a été observé pour le mélange de référence. En raison de la faible quantité de Portlandite dans les mélanges à base de laitier, ce pic n'était pas visible sur la **Figure 4.4 (b)**. Comme indiqué sur la **Figure 4.5**, une augmentation rapide de la teneur en Portlandite produite a été observée pour P-OPC. Ceci pourrait être attribué à l'accélération de l'hydratation du ciment lui-même. Les résultats montrent qu'à tous les âges d'hydratation, la pâte de référence contient une plus grande quantité de Ca(OH)_2 que les autres pâtes de laitier. Au fur et à mesure que l'hydratation progresse, la quantité de Portlandite mesurée dans la pâte de ciment ordinaire augmente. À tous les âges considérés, l'échantillon de P-OPC contient une quantité significative de Ca(OH)_2 . Cette valeur a augmenté d'environ 57 % entre 1 et 90 jours. Cette observation évidente est attribuée aux réactions hydrauliques du ciment. Il n'y a pas de réactions pouzzolaniques qui pourraient conduire à la diminution ou à la consommation de Portlandite. Les résultats obtenus sont en accord avec ceux des tests de microcalorimétrie isotherme. L'hydratation rapide du ciment entraîne une augmentation de la teneur en Ca(OH)_2 au jeune âge. Après 7 jours d'hydratation, une légère augmentation de la teneur en Portlandite a été enregistrée. Cela confirme que la majeure part de l'hydratation du CPO se produit au cours des premiers jours.

Tableau 4.3 : Teneurs en Portlandite des pâtes étudiées ($\pm 0,1$ %).

Pâtes	Âge (jours)						
	1	3	7	14	28	56	90
P-OPC	13,2	16,9	18,6	18,8	18,9	20,1	20,8
P-SL1	0,3	0,3	0,4	0,4	1	0,5	1,1
P-SL2	0,5	1,2	1,7	2,8	2,3	3,3	2,6
P-SL3	0,7	0,8	1,6	2	2,3	2,9	2,5

La diminution de la teneur en Portlandite, par rapport à la pâte de référence P-OPC, due à la réaction du laitier est observée pour les trois pâtes P-SL1, P-SL2 et P-SL3. En effet, la substitution complète du ciment par le laitier entraîne une baisse de la quantité de CH formée à tous les âges. Cette diminution est très remarquable pour la pâte P-SL1, pour laquelle une réduction de 95 % de CH a été mesurée à 90 jours par rapport à la pâte de référence. Ceci s'explique par le fait que le laitier classique réagit plus lentement que le ciment et nécessite un seuil minimal de Portlandite pour déclencher les réactions d'hydratation. Jusqu'à 14 jours, la teneur en Portlandite mesurée dans P-SL1 est stable (0,3-0,4 %). La faible évolution du Ca(OH)_2 dans P-SL1 s'explique par sa vitesse de réaction très lente, telle qu'observée par le test de microcalorimétrie isotherme. De nombreuses études ont révélé que la faible réactivité du laitier retarde le processus d'hydratation [Gupta, 2016 ; Xuan *et al.*, 2021]. La réaction du laitier est plus faible que celle du ciment, ce qui peut conduire à une réduction de la résistance initiale du matériau [Park *et al.*, 2021]. Pour P-SL2, une augmentation de 140 % de la Portlandite a été enregistrée entre 1 et 3 jours. Cependant, la teneur en CH est passée de 0,7 à 0,8 % pour P-SL3 entre 1 et 3 jours. Ceci confirme que la vitesse d'hydratation de SL2 est plus rapide que celle de SL3. La réaction hydraulique/pouzzolanique du laitier ordinaire est lente par rapport à celle des SL2 et SL3. La diminution ou la consommation de la Portlandite entre 28 et 56 jours pour la pâte contenant SL1 implique que la réaction pouzzolanique est initiée. Pour P-SL2, la quantité de Portlandite a diminué de 18 % entre 14 et 28 jours. Cette valeur est passée de 2,9 % à 56 jours à 2,5 % à 90 jours pour P-SL3. Les résultats obtenus indiquent que SL2 a une réactivité pouzzolanique élevée, ce qui a un effet bénéfique sur la résistance à la compression. La variation de la teneur en Portlandite est liée à la synergie entre la réaction hydraulique formant la Portlandite et la réaction pouzzolanique induisant sa consommation. Il est communément admis que la présence de Portlandite dans les matrices hydratées joue un rôle important dans la réaction pouzzolanique [Zhou *et al.*, 2020]. Le laitier est chimiquement activé par Ca(OH)_2 et sa réaction produit

des C-S-H supplémentaires, qui remplissent les pores et conduit à l'affinement de la microstructure à long terme. En raison de leur grande finesse, les particules SL2 et SL3 réagissent rapidement avec l'eau pour former du Ca(OH)_2 . Il convient de noter que P-SL2 et P-SL3 ont montré un comportement assez similaire. Cependant, il a été constaté que la réaction pouzzolanique de SL2 commençait avant celle de SL3. Ces résultats sont cohérents avec ceux obtenus par l'essai de microcalorimétrie. On peut donc conclure que l'augmentation de la surface spécifique peut accélérer la réaction hydraulique et pouzzolanique jusqu'à une finesse optimale, au-delà de laquelle un effet retardateur est observé. Cet effet pourrait être lié à la quantité d'eau disponible pour l'hydratation. En effet, les particules ultrafines consomment beaucoup plus d'eau et impactent le comportement rhéologique des matrices [Zhou et Zhang, 2021], présentant ainsi une influence considérable sur la vitesse d'hydratation.

4.2.5. Résistance à la compression des pâtes étudiées

Les résultats de l'évolution de la résistance à la compression des différentes pâtes formulées, présentés sur la **Figure 4.6**, révèlent que l'échantillon P-OPC présente les valeurs les plus élevées à tous les âges considérés. En raison de la texture de la pâte P-SL1 et de sa faible résistance, il a été difficile de détecter la rupture des échantillons à toutes les échéances.

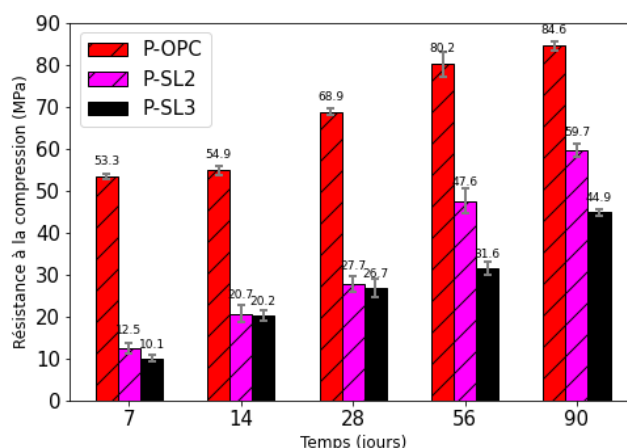


Figure 4.6 : Évolution de la résistance à la compression des pâtes étudiées.

Comme prévu, le remplacement total du ciment par du laitier a réduit de manière significative la résistance à la compression. Après 7 jours d'hydratation, les résistances à la compression des pâtes P-SL2 et P-SL3 ont diminué respectivement de 76,3 % et 81 % par rapport à la pâte de référence. Cette constatation évidente est en accord avec les résultats des tests de microcalorimétrie isotherme. Les pâtes SL2 et SL3 ont dégagé une faible quantité de chaleur, reflétant un processus d'hydratation lent et une résistance à la compression plus limitée. Aux âges avancés (56 et 90 jours), la réaction pouzzolanique du laitier est chimiquement activée par le Ca(OH)_2 , produisant des C-S-H supplémentaires. Ces derniers remplissent les pores et améliorent la résistance à la compression [Abdulkareem et al., 2018 (b)]. Par conséquent, la différence entre la pâte de ciment ordinaire et les systèmes au laitier est réduite. Par exemple, après 90 jours d'hydratation, les résistances à la compression de P-SL2 et P-SL3 ont diminué de 29,4 % et 46,9 %, respectivement, par rapport à l'échantillon de référence. Cet effet est expliqué par la participation tardive du laitier dans les réactions d'hydratation. De nombreuses études ont prouvé que le laitier a tendance à affaiblir les propriétés mécaniques des matrices composites au jeune âge en raison de sa faible réactivité [Ben Fraj et al., 2019]. Cependant, au fur et à mesure que l'hydratation progresse, le LHF est chimiquement activé par la Portlandite formée par la réaction hydraulique du laitier. La réaction pouzzolanique entre le laitier et le Ca(OH)_2 produit dans la solution interstitielle génère des C-S-H supplémentaires, qui améliorent la microstructure et donc la résistance à la compression à long

terme des matériaux cimentaires [Liu *et al.*, 2018]. Jusqu'à l'âge de 28 jours, SL2 et SL3 présentent des valeurs de résistance très proches. Au début de la période d'hydratation, si on se limite à SL2 et SL3, il semble que la finesse du laitier n'ait pas eu d'influence significative sur le comportement mécanique des pâtes. Aux âges plus avancés (56 et 90 jours), l'augmentation de la finesse du laitier entraîne une réduction de la résistance à la compression. Comme le montre la **Figure 4.6**, cette dernière est passée de 59,7 MPa pour P-SL2 à 44,9 MPa pour P-SL3 à 90 jours. En raison de sa finesse extrêmement élevée, SL3 a un effet négatif sur le comportement rhéologique de la pâte, ce qui entraîne une réduction de la résistance à la compression à des âges plus avancés. Ceci est en accord avec les résultats des travaux antérieurs [Lavergne *et al.*, 2019 ; Zhou *et al.*, 2022]. L'amélioration de la réactivité par l'augmentation de la finesse est contrebalancée par une mauvaise rhéologie en présence de particules ultrafines.

Le **Tableau 4.4** présente les résultats détaillés de la résistance à la compression et de la chaleur d'hydratation. Comme on peut le voir, il y a une bonne corrélation entre la résistance à la compression et le dégagement de chaleur. On peut clairement observer que la résistance à la compression augmente à mesure que la chaleur de réaction cumulée augmente. La chaleur émise par P-SL3 est inférieure à celle de P-SL2 à tous les âges. Cela confirme la réduction de la résistance à la compression de P-SL3 par rapport à P-SL2.

Tableau 4.4 : Données détaillées de la **Figure 4.6**.

Age (jours)	Pâtes	Chaleur d'hydratation (J/g de liant)	Résistance à la compression (MPa)
7	P-OPC	307.2	53.3 ± 0.6
	P-SL2	98.4	12.5 ± 1.2
	P-SL3	86.5	10.1 ± 0.8
14	P-OPC	335.1	54.9 ± 1.1
	P-SL2	126.2	20.7 ± 2
	P-SL3	119.5	20.2 ± 1.3
28	P-OPC	359.4	68.9 ± 0.8
	P-SL2	162.4	27.7 ± 1.9
	P-SL3	155.8	26.7 ± 2.2

4.2.6. Synthèse des résultats sur les pâtes pures

Cette partie du chapitre vise à analyser l'influence de l'ajout de laitier de trois finesses différentes sur le processus d'hydratation, le retrait chimique, le retrait endogène, l'analyse ATG et les propriétés mécaniques des pâtes pures à base de ciment Portland et de LHF (SL1, SL2 et SL3). On peut conclure que la substitution totale du ciment par le laitier a induit une réduction significative de la chaleur de réaction et de la résistance à la compression. La diminution de la chaleur d'hydratation et la perte de résistance mécanique sont principalement attribuées à l'effet de dilution du laitier, c'est-à-dire que plus le taux de substitution est élevé, plus la chaleur libérée par gramme de liant est faible. Il a été constaté que la vitesse de réaction de SL1 est très lente. Dans ce cas, une activation des réactions s'avère nécessaire. Une façon d'accélérer l'hydratation et le développement de la résistance dans les mélanges à base de laitier est de modifier la finesse du LHF. Il a été souligné que l'augmentation de la finesse peut accélérer le processus d'hydratation. Il semble que l'effet des sites de nucléation soit directement lié à la finesse du laitier utilisé. Ainsi, la présence physique d'un laitier à haute finesse peut accélérer l'hydratation au jeune âge, par rapport à un laitier à finesse ordinaire. Cette tendance à l'accélération entraîne une augmentation du retrait chimique, conséquence directe de l'hydratation. Les laitiers SL2 et SL3 augmentent le retrait endogène en raison de la surface spécifique élevée de leurs particules, ce qui entraîne une augmentation de la consommation d'eau. Les résultats suggèrent que la quantité de pores fins est un facteur prédominant qui peut fortement affecter le retrait endogène. La présence d'une plus

grande quantité de pores capillaires fins dans les pâtes à base de laitier à haute finesse est responsable d'un retrait endogène plus élevé au jeune âge.

Parmi les laitiers étudiés, le laitier superfin (SL2) est le plus efficace pour accélérer le processus d'hydratation. Les résultats obtenus confirment qu'il existe une finesse optimale pour l'utilisation efficace du laitier, au-delà de laquelle la finesse n'a pas d'effet améliorant, voire un effet négatif sur les propriétés du béton. Les particules SL3 ayant une grande surface spécifique diminuent nettement la maniabilité du mélange, ce qui peut avoir un effet négatif sur les propriétés des matériaux cimentaires à l'état durci. Lorsque des particules ultrafines sont utilisées, les forces attractives de Van der Waals favorisent la floculation. Par conséquent, dans ce cas, SL3 peut servir de laitier grossier. En absence de superplastifiant, les forces d'attraction augmentent avec la diminution de la taille des particules et favorisent les agglomérations. Dans cette étude, SL2 peut être considéré comme un matériau hautement réactif. La meilleure réactivité du laitier à haute finesse s'explique principalement par l'accélération de l'hydratation. Cet effet d'accélération implique une formation plus rapide de Portlandite et donc une augmentation de la vitesse de réaction pouzzolanique.

L'étude sur les pâtes à base de LHF a été menée pour mettre en évidence le caractère hydraulique latent de cette addition. Les résultats de l'essai de microcalorimétrie isotherme ont montré que le LHF réagit effectivement avec l'eau pour générer des produits d'hydratation avec une vitesse plus lente que celle de l'hydratation du CPO. Malgré la faible chaleur détectée par microcalorimétrie (par rapport au CPO) durant les premiers jours, les mesures de retrait montrent que le LHF développe des déformations (chimiques et endogènes) dès les premières minutes. Ceci confirme bien les réactions du LHF qui se produisent au très jeune âge. L'augmentation de la finesse (i.e. réactivité) conduit à une réaction plus rapide et à une déformation plus importante (cas de SL2 et SL3), reflétant l'effet de la taille des particules de laitier sur l'évolution de la microstructure des matrices à base de LHF. Après avoir étudié le comportement des LHF à l'échelle de la pâte, il est maintenant important d'évaluer les effets de cette addition sur les propriétés au jeune âge des BUHP.

4.3. Propriétés au jeune âge des BUHP

4.3.1. Maniabilité des BUHP

La maniabilité des BUHP conçus doit être gérée avec soin pour garantir leurs propriétés sur site. Dans cette étude, ce paramètre clé a été mesuré en termes de diamètre d'étalement au mini-cône afin de déterminer la teneur requise en superplastifiant pour les BUHP à base de laitier. Afin d'obtenir la même valeur d'étalement (350 ± 20 mm) que pour le mélange de référence, le dosage en SP a été ajusté. Pour chaque mélange, plusieurs dosages de SP ont été testés jusqu'à l'obtention de la teneur optimale. Dans cette recherche, les dosages de SP nécessaires pour obtenir un étalement de 35 cm pour tous les mélanges de BUHP sélectionnés sont indiqués sur la **Figure 4.7**.

Les teneurs optimales en SP des bétons de référence (Ref_{SF} et Ref_{SL2}) sont respectivement de 2,2 % et 2 %. La teneur en SP de la formule de référence Ref_{SL2} est légèrement inférieure à celle du mélange de référence Ref_{SF} . Le dosage plus faible de SP se justifie par la capacité du laitier superfin (SL2) à améliorer l'ouvrabilité du mélange. Cet effet positif peut être partiellement attribué à l'état de surface lisse des particules de laitier produisant des plans de glissement [Liu *et al.*, 2018]. La finesse de la FS est nettement supérieure à celle du laitier. Les particules ultrafines sont connues pour augmenter la demande en eau et cet effet est directement lié à leur surface spécifique extrêmement élevée [Lavergne *et al.*, 2019]. La quantité de SP nécessaire pour disperser les particules de FS dépend de leur surface spécifique. L'ajout de particules de FS est clairement associé à une teneur en SP plus élevée pour obtenir une maniabilité similaire. Ces résultats sont en accord avec ceux de Pyo et Kim [Pyo et Kim, 2017], qui

ont constaté que la substitution partielle de FS par du laitier fin (12.5 %) entraîne une amélioration de l'étalement de 70 mm (par rapport à la formule à base de 25 % de FS).

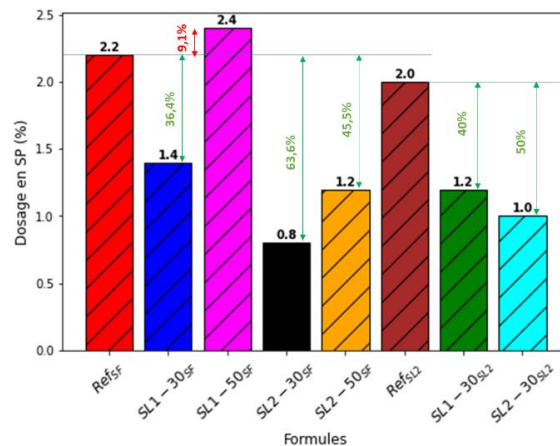


Figure 4.7 : Dosages de SP requis pour un étalement de 35 cm.

La **Figure 4.7** montre que la substitution de 30 % du ciment par du laitier classique (SL1-30_{sf}) et du laitier superfin (SL2-30_{sf}) induit une baisse de la teneur en SP (par des quantités relatives de -36,4 % et -63,6 %, respectivement) nécessaire pour obtenir le même étalement que Ref_{sf}. Une réduction du dosage de SP est également observée pour les mélanges contenant du SL2 au lieu de FS. Le dosage de SP est passé de 2 % (Ref_{SL2}) à 1,2 % et 1 % pour SL1-30_{SL2} et SL2-30_{SL2}, respectivement. Ces résultats soulignent une amélioration considérable de la fluidité des BUHP lorsque de faibles quantités de laitiers sont incorporées dans le mélange. L'ajout de LHF aux mélanges a un effet significatif sur la quantité de SP nécessaire pour obtenir une meilleure ouvrabilité. Deux phénomènes simultanés peuvent expliquer la diminution du dosage de SP : i) la diminution de la quantité de C₃A réduit la formation précoce d'ettringite, ce qui améliore finalement la maniabilité du mélange [Samet et Chaabouni, 2004] ; et ii) l'amélioration de la compacité, puis de la cohésion des particules et de la viscosité du mélange [Abdulkareem et al, 2018 (a)]. L'introduction du LHF rend le mélange plus cohésif et diminue l'eau de ressuage et la ségrégation, ce qui améliore finalement le comportement rhéologique du béton à l'état frais. Les résultats obtenus sont en accord avec ceux de Kim et al. [Kim et al., 2015], qui ont mesuré, pour une même teneur en SP, une augmentation de l'étalement de 9 % et 16 %, lorsque la teneur en laitier est respectivement de 15 % et 30 %. Pyo et Kim [Pyo et Kim, 2017] ont rapporté que l'ajout de laitier fin et de laitier ordinaire augmente la fluidité des BUHP de 11,6 % et 4,1 %, respectivement, par rapport à l'échantillon de référence comportant uniquement de la FS. Randl et al. [Randl et al., 2014] ont conclu que la surface spécifique du laitier fin et du laitier superfin pouvait améliorer la fluidité des BFUP. La fluidité a augmenté de 1,8 % avec un remplacement de 45 % du ciment par du laitier fin et de 10,7 % avec un remplacement de 45 % du ciment par du laitier superfin. L'incorporation de SL2 permet d'améliorer l'homogénéité et la compacité. La compacité et la maniabilité étant étroitement liés, l'inclusion de ces particules fines dans un mélange cimentaire devrait améliorer la compacité, ce qui est généralement associé à une amélioration des propriétés rhéologiques [Abdulkareem et al., 2018 (a)]. Wang et al. [Wang et al., 2019] ont signalé que le dosage de SP a l'effet le plus significatif sur la compacité des BUHP. Sur la base d'un dosage optimisé de SP, il est possible d'augmenter de manière évidente la compacité de BUHP. Cependant, au-delà d'une valeur "seuil", l'effet inverse peut être observé, avec une diminution de la compacité. Ce phénomène peut être attribué à la diminution de l'épaisseur du film d'eau et à une meilleure dispersion des poudres grâce à l'utilisation de SP. Si le dosage de SP ajouté est trop élevé, plus d'air sera entraîné et la compacité diminuera simultanément.

Pour le mélange SL1-50_{sf} et malgré l'augmentation de la quantité de LHF, la teneur en SP nécessaire pour atteindre l'étalement du béton de référence est de 2,4 %. L'effet lubrifiant du SL1 et l'effet fluidifiant du superplastifiant semblent être atténués par la demande en eau des particules de laitier. Cette réduction de la maniabilité (augmentation de la teneur en SP) est en partie attribuée à la surface spécifique élevée des particules de SL1, qui absorbent plus d'eau. Par conséquent, il n'y a pas suffisamment d'eau disponible pour la lubrification, ce qui empêche les particules de se déplacer librement et entraîne une diminution de l'ouvrabilité [Korpa et Trettin, 2008 ; Ghafari *et al.*, 2014]. Ce phénomène contrebalance celui de la lubrification. Cependant, une quantité plus faible de SP (1,2 %) est nécessaire pour disperser les particules super fines dans le mélange SL2-50_{sf}. Cette baisse confirme l'effet bénéfique d'un laitier à haute finesse. Grâce à leur effet de remplissage, les particules de SL2 améliorent la compacité de la matrice et favorisent la cohésion, ce qui améliore les propriétés rhéologiques des BUHP. L'effet bénéfique du SL2 est attribué au fait que les particules super fines remplissent les espaces créés par les particules de ciment et réduisent les forces de friction du matériau à base de ciment et de SL2, ce qui entraîne une grande fluidité du système OPC-SL2 [Özbay *et al.*, 2016]. Cet effet est également lié à la diminution de la quantité de C₃A, due à la réduction de la teneur en ciment, qui induit une amélioration de la maniabilité.

4.3.2. Chaleur d'hydratation des BUHP

Afin de mieux comprendre l'influence des différentes finesses et teneurs en laitier sur les propriétés au jeune âge des mélanges de BUHP fabriqués avec différents dosages de SP, des essais de microcalorimétrie isotherme ont été réalisés pour étudier l'hydratation du BUHP incorporant du laitier et s'hydratant à 20 °C pendant les 7 premiers jours. Les évolutions du flux de chaleur et du dégagement de chaleur de réaction, normalisés par gramme de liant, sont présentées respectivement sur les **Figures 4.8 et 4.9**. Le **Tableau 4.5** résume les principales valeurs caractéristiques des courbes d'hydratation isotherme.

Cette section traite de l'influence du dosage et de la finesse du laitier sur le processus d'hydratation du BUHP. Comme prévu, le remplacement du clinker par du LHF jusqu'à 50 % sans modifier le rapport E/L affecte la réaction d'hydratation.

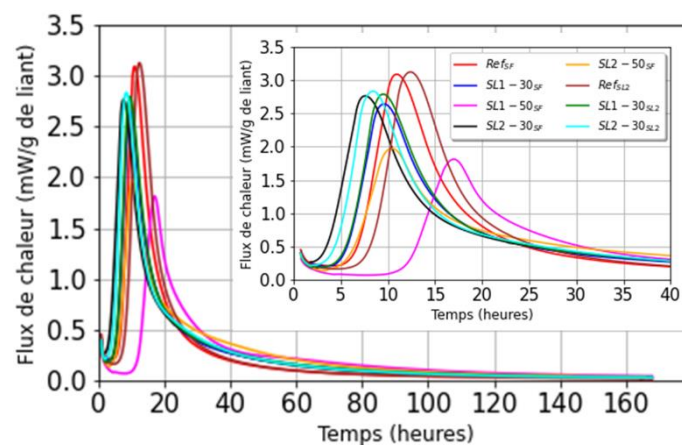


Figure 4.8 : Flux de chaleur de réaction des BUHP.

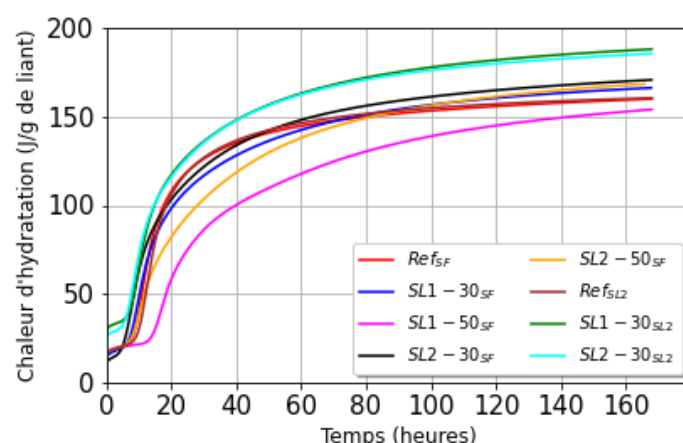


Figure 4.9 : Évolution du dégagement de chaleur de réaction des BUHP.

Tableau 4.5 : Caractéristiques d'hydratation des mélanges BUHP.

Mélanges	Chaleur de réaction cumulée		Temps du pic de flux de chaleur		Intensité maximale du flux de chaleur	
	Valeur mesurée Q_{max} (J/g liant)	Valeur normalisée $\frac{Q_{max}}{Q_{max}(Ref)}$ (-)	Valeur mesurée t_{max} (min)	Valeur normalisée $\frac{t_{max}}{t_{max}(Ref)}$ (-)	Valeur mesurée I_{max} (mW/g liant)	Valeur normalisée $\frac{I_{max}}{I_{max}(Ref)}$ (-)
Ref_SF	160	1	657	1	3.1	1
SL1-30_SF	166.2	1.04	576	0.88	2.6	0.84
SL1-50_SF	153.9	0.96	1019	1.55	1.8	0.58
SL2-30_SF	170.7	1.07	455	0.69	2.8	0.90
SL2-50_SF	168.5	1.05	626	0.95	2	0.65
Ref_SL2	160.5	1	744	1.13	3.1	1
SL1-30_SL2	188.1	1.18	572	0.87	2.8	0.90
SL2-30_SL2	185.5	1.16	506	0.77	2.8	0.90

Pour les mélanges de référence Ref_SF et Ref_SL2, il est évident que l'influence de la FS et du laitier superfine SL2 sur la cinétique d'hydratation précoce du BUHP développé est très similaire, ce qui peut être démontré par la différence relativement faible entre le temps nécessaire pour atteindre le pic du flux de chaleur. Comme le montre clairement le **Tableau 4.5**, ces deux mélanges de référence présentent le même pic de flux d'environ 3,1 mW/g de liant. Le temps nécessaire pour atteindre cette valeur maximale est de 657 min pour Ref_SF, alors que ce pic apparaît après 744 min pour Ref_SL2. Ce phénomène peut être attribué à la capacité de la FS à accélérer l'hydratation des BUHP par effet de nucléation [Zelić et al., 2000]. La présence de particules de FS extrêmement fines favorise l'hydratation en agissant comme des sites de nucléation supplémentaires pour les hydrates, ce qui se traduit par une hydratation plus rapide [Camiletti et al., 2013]. Récemment, Yalçinkaya et Çopuroğlu [Yalçinkaya et Çopuroğlu, 2021] ont mesuré un flux de chaleur d'environ 3 mW/g de liant pour un BUHP fabriqué avec 881 kg/m³ de ciment et 176 kg/m³ de FS à l'aide d'un test de microcalorimétrie isotherme. Le pic des courbes de flux de chaleur à 20 °C a été atteint à 636 min. Ces conclusions sont cohérentes avec les résultats obtenus dans cette étude. La **Figure 4.9** montre que Ref_SF et Ref_SL2 présentent les mêmes caractéristiques d'hydratation. Les chaleurs maximales de réaction pour Ref_SF et Ref_SL2 sont respectivement de 160 et 160,5 J/g de liant. Au cours des premiers jours, la FS présente une activité élevée et accélère l'hydratation par rapport au SL2. Ces résultats sont en accord avec ceux de Xi et al. [Xi et al., 2022]. Ces derniers ont mené une étude expérimentale sur l'effet de la FS sur l'hydratation et le développement de la résistance des BUHP. Les résultats de leur test de microcalorimétrie isotherme ont révélé que la FS accélère intensément l'hydratation du ciment au jeune âge. Un point important à noter est que même si le dosage de SP du mélange Ref_SF dépasse légèrement celui du mélange Ref_SL2, un effet d'accélération de la FS

est observé par rapport au SL2. Ce phénomène est principalement attribué à l'effet physique des particules de FS.

Le remplacement du ciment par du laitier réduit l'intensité du pic du flux de chaleur, mais la chaleur totale libérée n'est pas proportionnelle au taux de remplacement, ce qui indique que le laitier participe à la réaction exothermique de l'hydratation du liant [Han *et al.*, 2015]. Une augmentation du dosage de SL1 et SL2 diminue de manière significative l'intensité maximale du flux de chaleur de réaction. Par rapport aux mélanges Ref_{SF} et Ref_{SL2}, il apparaît qu'une substitution volumique de 30 % du ciment par du laitier (SL1-30_{SF}, SL2-30_{SF}, SL1-30_{SL2} et SL2-30_{SL2}) entraîne pratiquement le même pic de flux de chaleur d'environ 2,6-2,8 mW/g de liant. Cette addition présente un flux de chaleur plus faible que le ciment Portland [Bougara *et al.*, 2009 ; Ballim et Graham, 2009 ; Mounanga *et al.*, 2011 ; Merzouki *et al.*, 2013 ; Jang *et al.*, 2014]. Comme indiqué dans le **Tableau 4.5**, les pics de flux de chaleur de ces différents mélanges de béton apparaissent à 576, 455, 572 et 506 min pour SL1-30_{SF}, SL2-30_{SF}, SL1-30_{SL2} et SL2-30_{SL2}, respectivement. Par conséquent, la finesse du laitier n'a pas d'effet considérable sur la valeur maximale, mais principalement sur le temps correspondant au pic du flux de chaleur. L'influence d'une faible teneur en laitier sur l'hydratation du BUHP semble plutôt faible, et le profil des caractéristiques d'hydratation de ces quatre mélanges montre pratiquement le même comportement, avec une légère différence dans le temps nécessaire pour atteindre le pic du flux de chaleur de réaction. Comme le présente la **Figure 4.9**, les chaleurs maximales de réaction pour les mélanges SL1-30_{SF}, SL2-30_{SF}, SL1-30_{SL2} et SL2-30_{SL2} sont respectivement de 166,2, 170,7, 188,1 et 185,5 J/g de liant. En présence de SL2 et de particules de FS (SL2-30_{SF}), le pic de flux de chaleur apparaît 202 et 121 min avant celui de Ref_{SF} et SL1-30_{SF}, respectivement. Lorsque la FS est remplacée par SL2 (SL2-30_{SL2}), le pic de flux de chaleur apparaît 238 et 66 min avant celui de Ref_{SL2} et SL1-30_{SL2}, respectivement. On peut en conclure qu'à des faibles taux de remplacement, SL1 et SL2 accélèrent le processus d'hydratation par effet de nucléation. Une autre explication de cet effet d'accélération réside dans la teneur réduite en SP dans les mélanges incorporant un faible dosage de laitier.

La finesse du laitier peut servir d'activateur pour l'hydratation des matrices cimentaires. Par conséquent, une augmentation de la finesse du laitier accélère l'hydratation des BUHP en raison de la réactivité relativement élevée des particules super fines. L'hydratation du laitier se produit lorsqu'une quantité suffisante de Ca(OH)₂ est produite par l'hydratation du ciment et du laitier (partie hydraulique) et/ou lorsque l'alcalinité de la solution interstitielle est suffisamment élevée (pH > 11) [Han *et al.*, 2015]. SL2 peut réagir plus rapidement que SL1 et générer plus de gel de C-S-H. Par conséquent, l'activité de SL2 devrait être beaucoup plus élevée que celle de SL1 dans les BUHP dès le plus jeune âge. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par l'essai de microcalorimétrie mené sur les pâtes à base des LHF (section 4.2.1.). Le laitier est chimiquement activé par le Ca(OH)₂ et le gypse dans le ciment, mais sa vitesse de réaction est lente, tandis que la FS réagit rapidement avec le Ca(OH)₂ dans le BUHP en raison de sa grande finesse [Liu *et al.*, 2018]. Pour les mélanges contenant 30 % de LHF, l'hydratation a été accélérée. Cela peut être attribué à une réduction de la quantité de SP. Il a été constaté que l'augmentation de la finesse du laitier entraîne une réduction de la teneur en SP, et cet effet est directement lié à l'effet physique du laitier de haut fourneau finement broyé. L'effet d'accélération, dû à la présence de laitier, a une origine non seulement chimique mais aussi physique. Cyr *et al.* [Cyr *et al.*, 2005] ont souligné que la présence de particules fines (avec une surface spécifique élevée) peut activer l'hydratation du ciment par nucléation hétérogène. Leurs résultats sur les ajouts minéraux indiquent que l'effet physique des particules fines est dominant au jeune âge, tandis que l'effet pouzzolanique prévaut à long terme. Il faut noter qu'il y a certainement une grande partie du laitier qui ne réagit pas et qu'il s'agit donc d'un effet physique.

La **Figure 4.9** montre qu'avec l'augmentation du taux de remplacement du ciment par du laitier, la valeur maximale de la chaleur de réaction diminue de manière significative. La chaleur maximale de réaction et la valeur de pic du flux de chaleur du mélange SL1-50_{SF} sont respectivement de 153,9 J/g de liant et de 1,8 mW/g de liant, et le temps nécessaire pour atteindre le pic du flux est de 1019 min. Pour ce mélange, l'effet de dilution domine l'effet de nucléation. L'augmentation de la finesse du laitier entraîne une augmentation de l'intensité du pic de flux de chaleur et de la chaleur de réaction dégagée. Pour le béton SL2-50_{SF}, la chaleur maximale de réaction et l'intensité de pic du flux de chaleur sont respectivement de 168,5 J/g de liant et de 2 mW/g de liant. Le temps nécessaire pour atteindre ce pic de flux est de 626 minutes. Cette accélération peut être attribuée à la faible teneur en SP, qui est de 1,2 % contre 2,2 % pour le mélange Ref_{SF} et 2,4 % pour le béton SL1-50_{SF}. Il est clair qu'un dosage élevé de SP a un effet retardateur. Cet effet retardateur peut être observé et reflété par la cinétique d'hydratation et la prise des pâtes, ainsi que par la perte de la consistance et le développement de la résistance au jeune âge des bétons. Li *et al.* [Li *et al.*, 2017] ont constaté qu'une plus grande quantité de SP retarde toujours l'hydratation, et l'effet retardateur augmente continuellement même après que l'ajout de SP dépasse le dosage de saturation. Certains auteurs ont caractérisé l'effet retardateur du SP comme suit : l'inclusion du SP empêche la nucléation de la phase solide et la croissance des produits d'hydratation, retardant ainsi l'hydratation du ciment [Li *et al.*, 2014]. Selon certains chercheurs [Zhang *et al.*, 2015], trois aspects peuvent illustrer l'effet retardateur des SP : 1) entraver la diffusion de l'eau et des ions à l'interface particule-solution par des couches de polymères adsorbées ; 2) empêcher la nucléation et la précipitation des hydrates en capturant les ions Ca²⁺ dans la solution aqueuse par les groupes _COO_ des molécules de SP ; et 3) modifier la cinétique de croissance et la morphologie des phases d'hydrates en améliorant la dispersion des grains. L'activité hydraulique plus faible du LHF est principalement liée à son potentiel de dissolution et de réaction pour générer des produits hydratés supplémentaires. Ce phénomène dépend de la teneur en laitier ; plus le dosage de LHF est élevé, plus l'effet de dilution est important. Par conséquent, la chaleur de réaction diminue, ce qui ralentit la réaction d'hydratation [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)].

L'étude propose que la présence d'une faible teneur en LHF entraîne une réduction du dosage de SP, ce qui peut largement accélérer le processus d'hydratation du ciment. Dans ce travail, il a été démontré qu'une quantité élevée de laitier à haute finesse (50 % de SL2) a un effet accélérateur. Cette accélération au jeune âge peut être expliquée par l'effet physique des particules de laitier fin. L'accélération de l'hydratation du ciment pourrait être due à l'augmentation des sites de nucléation fournis par les particules ultrafines [Camiletti *et al.*, 2013]. Ces particules favorisent la réaction du ciment par nucléation hétérogène grâce à leur grande finesse [Cyr *et al.*, 2005]. Il a également été constaté que la chaleur cumulée par gramme de liant augmente avec la finesse du laitier. La réactivité élevée du SL2 se traduit par une amélioration de la compacité et donc une accélération de la réaction du ciment par la réduction du dosage de SP. Par conséquent, les alcalins, fournis par le ciment et, par la suite, la Portlandite accélèrent la réaction pouzzolanique de la FS et du laitier [Merzouki *et al.*, 2013]. Plus la quantité de Portlandite est importante, plus la réaction pouzzolanique du LHF est améliorée, libérant ainsi plus de chaleur. Ces résultats mettent en évidence un double effet de l'ajout de laitier : un effet de dilution et un effet de nucléation. Afin de découpler l'effet du SP et du laitier, le flux de chaleur a été mesuré pour certains mélanges de BUHP à différentes teneurs en SP. La **Figure 4.10** présente l'évolution du flux de chaleur des mélanges Ref_{SF} et SL2-30_{SF}.

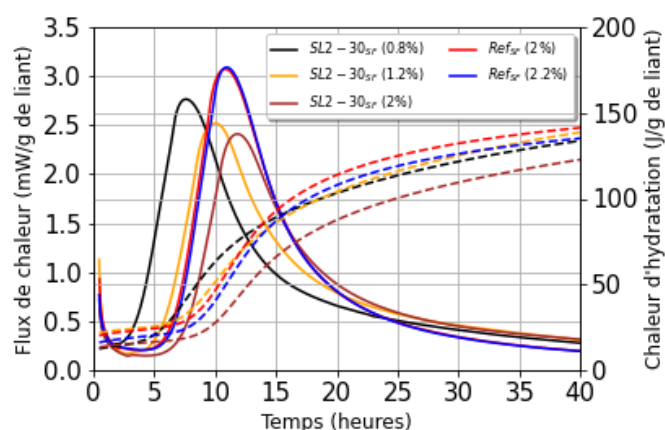


Figure 4.10 : Flux de chaleur des mélanges Ref_{SF} et $SL2-30_{SF}$ avec différents dosages de SP.

Comme clairement observé, une légère variation du dosage de SP (de 2 à 2,2 %) n'a aucun effet remarquable sur l'évolution du flux de chaleur du mélange Ref_{SF} . Pour le béton $SL2-30_{SF}$, l'augmentation de la teneur en SP entraîne un retard d'hydratation. Pour un dosage de 1,2 % de SP, le temps nécessaire pour atteindre le pic de flux de chaleur est de 600 min, soit 145 min après le mélange $SL2-30_{SF}$ (0,8 %) et 109 min avant le béton $SL2-30_{SF}$ (2 %). Par conséquent, à une teneur élevée en SP, l'effet retardateur ne peut pas être attribué au laitier, mais plutôt à la teneur élevée en SP. L'effet retardateur du SP peut dominer celui du laitier. Par conséquent, il est difficile de contrôler l'influence des LHF sur l'hydratation des BUHP produits avec des quantités élevées de SP, en particulier lorsque le dosage de SP dépasse le point de saturation. En ce qui concerne la chaleur d'hydratation, il est clair qu'à l'exception du mélange $SL2-30_{SF}$ (2 %), les autres bétons présentent des valeurs de dégagement de chaleur assez similaires, ce qui implique que l'augmentation du dosage de SP de 0,8 % à 2 % entraîne une réduction du dégagement de chaleur.

4.3.3. Temps de prise Vicat des BUHP

Les temps de début et de fin de prise des BUHP sont récapitulés dans le **Tableau 4.6**. Comme mentionné précédemment, les bétons sont préparés avec différentes proportions de SP pour obtenir une maniabilité similaire, et les mesures ont été principalement effectuées pour comprendre en profondeur l'effet de la finesse et du dosage du laitier sur le temps de prise. Les propriétés au jeune âge constituent un défi technique majeur pour une utilisation à fort taux des additions minérales. Il est clair que la variation du temps de prise dépend essentiellement de la teneur et de la finesse du LHF, ainsi que du dosage de SP. Les résultats obtenus indiquent que la FS, le SL1 et le SL2 ont des effets différents sur les temps de prise des BUHP.

Tableau 4.6 : Temps de prise Vicat des mélanges testés.

Formules	Début de prise (min)	Fin de prise (min)	Durée de prise (min)
Ref_{SF}	345	430	85
$SL1-30_{SF}$	233	375	143
$SL1-50_{SF}$	540	890	350
$SL2-30_{SF}$	80	188	108
$SL2-50_{SF}$	125	360	235
Ref_{SL2}	230	523	293
$SL1-30_{SL2}$	125	330	205
$SL2-30_{SL2}$	85	273	188

La substitution complète de la FS par le laitier superfin SL2 conduit à une accélération du temps de début de prise. Ce dernier est d'environ 230 min pour le mélange de référence Ref_{SL2} au lieu de 345 min

pour le mélange de référence Ref_{SF}. L'effet accélérateur du SL2 peut être expliqué par le faible dosage de SP dans le mélange Ref_{SL2} (2 %) comparé au mélange Ref_{SF}. La teneur élevée en SP peut entraîner un retard de prise. En raison de l'effet retardateur du SP, le temps de début de prise du mélange Ref_{SF} atteint 6 h. Ce résultat est en accord avec des précédentes études [Richard et Cheyrezy, 1995 ; Abbas *et al.*, 2016]. Cependant, il est observé que la FS accélère le temps de fin de prise de 53 min par rapport au Ref_{SL2}. Des précédentes recherches ont révélé que la réaction pouzzolanique de FS est rapide par rapport à d'autres additions minérales. Les particules de FS agissent comme des sites de nucléation pour les hydrates formés [Camiletti *et al.*, 2013], ce qui stimule l'hydratation du ciment. L'augmentation du nombre de sites de nucléation entraîne un taux d'hydratation plus élevé [Makar et Chan, 2009]. Comme on le sait, tout facteur qui augmente le taux d'hydratation réduit le temps de prise. L'inclusion de FS (Ref_{SF}) a réduit le temps de prise de 208 min par rapport au mélange de référence Ref_{SL2}, confirmant ainsi l'effet de nucléation supérieur de FS par rapport au SL2.

Comme le montre le **Tableau 4.6**, l'ajout de 30 % de laitier comme substitut du ciment peut évidemment influencer les temps de prise du BUHP. Il est clair que la présence de faibles dosages de laitier accélère les temps de prise. Par exemple, pour le béton SL1-30_{SF}, les temps de début et de fin de prise sont accélérés de 1,48 et 1,15 fois, respectivement, par rapport au mélange témoin Ref_{SF}. La même tendance est observée pour le mélange SL2-30_{SF}. Il a été constaté que les temps de début et de fin de prise sont considérablement réduits de 4,3 et 2,3 fois, respectivement, par rapport à ceux du béton de référence Ref_{SF}. Les résultats indiquent également que SL1 et SL2 accélèrent les temps de début et de fin de prise pour les mélanges incorporant le SL2 en substitution totale de FS (SL1-30_{SL2} et SL2-30_{SL2}), par rapport au mélange Ref_{SL2}. L'accélération de la prise est observée, plus nettement, dans les mélanges contenant 30 % de SL2. Les résultats obtenus confirment ceux des essais de microcalorimétrie. Comme mentionné précédemment, les particules de LHF agissent comme des sites de nucléation pour les premiers produits de réaction, notamment pour la formation d'hydroxyde de calcium, ce qui stimule le processus d'hydratation du ciment et compense l'effet de dilution [Mounanga *et al.*, 2011]. Par conséquent, les bétons contenant de faibles teneurs en laitier présentent des temps de prise plus courts que le mélange témoin. Les résultats obtenus sont en accord avec ceux de Yalçinkaya et Yazıcı [Yalçinkaya et Yazıcı, 2017], qui ont confirmé que les réductions remarquables des temps de début et de fin de prise peuvent être attribuées à la diminution de la demande en superplastifiant et à la finesse plus élevée du laitier par rapport à celle des particules de ciment.

L'influence du laitier est plus perceptible à partir d'un taux de remplacement de 50 %. Pour SL1-50_{SF}, la teneur en SP est de 2,4 %, soit 9 % de plus que pour le mélange Ref_{SF}. Le temps de début de prise, le temps de fin de prise et la durée de prise sont respectivement multipliés par 1,56, 2,07 et 4,11 par rapport à ceux du mélange témoin Ref_{SF}. Le retard est attribué à la teneur élevée en SP. Le SP est largement impliqué dans la décélération simultanée des temps de début et de fin de prise. En présence d'une quantité élevée de SL1, l'effet de dilution domine celui de l'accélération de l'hydratation, ce qui entraîne une décélération des temps de prise [Abdelkareem *et al.*, 2018 (a)]. La diminution de la quantité de ciment ralentit la production d'hydrates au sein du mélange et retarde la prise et le durcissement de la matrice cimentaire. Ainsi, on constate que le phénomène de dilution régit le processus d'hydratation et de prise. En effet, le rapport E/C est 2 fois plus élevé dans SL1-50_{SF} que dans Ref_{SF}. Par conséquent, 890 min sont nécessaires pour atteindre la prise finale et la durée de prise est de 350 min pour SL1-50_{SF}. Ce résultat est en accord avec un travail antérieur mené par Camiletti *et al.* [Camiletti *et al.*, 2013]. Les auteurs ont rapporté que lorsqu'une teneur élevée en SP est introduite pour atteindre une fluidité souhaitée, le temps de prise est relativement augmenté. Certains travaux ont défini l'effet retardateur comme le ralentissement de l'hydratation, qui peut varier en fonction des différentes quantités d'adsorption sur les particules, des concentrations de carboxyliques dans la phase aqueuse et des caractéristiques techniques du SP [Zhang *et al.*, 2015]. Par contre, dans le cas du laitier superfin, on

constate que 50 % de SL2 réduisent les temps de début et de fin de prise, respectivement, de 2,76 et 1,19 fois, par rapport à ceux du mélange de référence Ref_{SF}. Cette accélération est justifiée par le faible dosage de SP du béton SL2-50_{SF}.

Il est évident que la finesse est un paramètre important qui régit la vitesse de réaction des liants hydrauliques. On peut en conclure que la taille des particules joue un rôle essentiel dans le développement des performances des matériaux cimentaires au jeune âge. Il a été constaté qu'une augmentation de la finesse du liant conduit à une accélération de l'hydratation et des temps de prise des BUHP testés par rapport au même liant avec une finesse plus faible. La réactivité du laitier dans un matériau cimentaire dépend non seulement de la composition chimique, mais aussi de sa finesse [Pal *et al.*, 2003]. La conséquence immédiate d'une hydratation accélérée est une augmentation rapide de la résistance et une amélioration de la durabilité. Il est important de souligner que l'augmentation de la finesse du LHF peut être une solution possible pour réduire le dosage de SP, sans affecter l'ouvrabilité des mélanges de BUHP, et pour éviter le retard d'hydratation induit par le laitier à faible finesse. Comme on le sait, le laitier s'hydrate plus lentement, ce qui retarde le gain de résistance des BUHP. Ceci peut être résolu en utilisant un laitier à haute finesse, sans activation par des traitements chimiques ou thermiques supplémentaires, et sans effet préjudiciable sur les propriétés mécaniques des systèmes de BUHP conçus.

4.3.4. Retrait chimique des BUHP

D'après la littérature, le nombre d'études menées sur le retrait au très jeune âge des BUHP reste très limité. Des mesures de retrait chimique ont donc été effectuées dans cette étude afin de mieux clarifier l'effet de la finesse et de la teneur en LHF sur le retrait au jeune âge des BUHP. Le retrait chimique est un mécanisme moteur du retrait endogène. Par conséquent, il est essentiel de comprendre le rôle des composants individuels du mélange dans le retrait chimique afin de contrôler le retrait endogène, qui est l'une des principales propriétés caractérisant les BUHP et qui peut induire des fissures dans les structures en béton. L'évolution du retrait chimique des différents mélanges de BUHP est présentée sur la **Figure 4.11**.

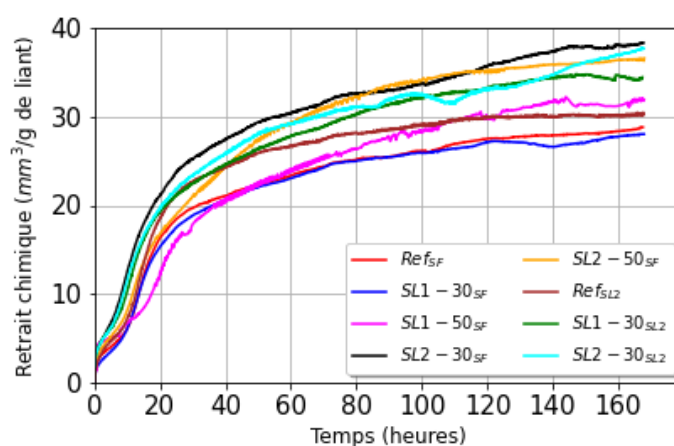


Figure 4.11 : Évolution du retrait chimique des BUHP.

Comme l'indique la **Figure 4.11**, les valeurs de retrait chimique varient de 28 à 38,4 mm³/g de liant pour tous les mélanges à 168 h. On peut constater que les résultats expérimentaux peuvent être classés en deux groupes : le premier comprend les bétons à base de SL2 (SL2-30_{SF}, SL2-50_{SF}, SL1-30_{SL2} et SL2-30_{SL2}), caractérisés par un retrait chimique relativement plus élevé que le second groupe (Ref_{SL2}, Ref_{SF}, SL1-30_{SF} et SL1-50_{SF}). Ce dernier comporte les mélanges à faible teneur en SL2 ou sans SL2.

Pour les bétons de référence (Ref_{SF} et Ref_{SL2}), il est clair que Ref_{SL2} présente un retrait chimique relativement plus élevé que Ref_{SF} à tous les âges. Par exemple, à 3 jours, la valeur de retrait chimique de Ref_{SL2} est de $27,7 \text{ mm}^3/\text{g}$ de liant, contre $24,7 \text{ mm}^3/\text{g}$ de liant pour le mélange Ref_{SF} . À 7 jours, Ref_{SF} et Ref_{SL2} ont un retrait chimique de $28,8$ et $30,3 \text{ mm}^3/\text{g}$ de liant, respectivement. Ce résultat peut s'expliquer par la différence de consommation d'eau entre la FS et le SL2. En raison de sa très grande finesse, la FS consomme rapidement l'eau nécessaire à l'hydratation. Dans le mélange Ref_{SL2} , la teneur en eau disponible pour la réaction chimique est plus élevée que celle de Ref_{SF} en raison de la faible absorption d'eau du SL2 par rapport à la FS (marquée par une surface spécifique élevée). Cela entraîne une augmentation du retrait chimique. Wang *et al.* [Wang *et al.*, 2021] ont révélé que la FS n'influait pas la tendance de développement du retrait chimique, mais qu'elle pouvait accélérer le processus d'hydratation des mélanges, en particulier au jeune âge. En outre, la composition du mélange est également un facteur important qui peut expliquer les différences de retrait. Bien qu'il y ait une légère différence entre les deux mélanges de référence, il est important de préciser que les résultats sont comparables. Cette observation confirme les résultats de la chaleur d'hydratation.

La substitution partielle du ciment par 30 % de SL1 entraîne une légère diminution du retrait chimique au jeune âge. À 24 h, la valeur du retrait chimique passe de $18,1 \text{ mm}^3/\text{g}$ de liant pour le mélange de référence Ref_{SF} à $17,0 \text{ mm}^3/\text{g}$ de liant pour le mélange incorporant 30 % de SL1. Par la suite, au fur et à mesure que l'hydratation progresse, la différence entre Ref_{SF} et SL1-30_{SF} se réduit jusqu'à disparaître complètement. À 3 et 7 jours, les deux mélanges présentent pratiquement les mêmes valeurs de retrait chimique. En raison de la faible teneur en SP du mélange SL1-30_{SF}, la réaction du SL1 a été accélérée, ce qui conduit à un retrait supplémentaire. Par conséquent, le retrait chimique du SL1-30_{SF} est très proche de celui de la référence. Pour un taux de remplacement de 50 %, on peut remarquer que SL1-50_{SF} présente un retrait chimique moins prononcé à 24 h ($15,4 \text{ mm}^3/\text{g}$ de liant). Ensuite, le retrait chimique du SL1-50_{SF} augmente progressivement pour atteindre $31,9 \text{ mm}^3/\text{g}$ de liant à 168h (contre $28,8 \text{ mm}^3/\text{g}$ de liant pour Ref_{SF}). Les trois mélanges Ref_{SF} , SL1-30_{SF} et SL1-50_{SF} ont montré une évolution similaire au cours des premiers jours. La matrice SL1-50_{SF} présente un retrait chimique plus important que celui du mélange témoin. Cette accélération s'est traduite par une croissance des courbes entre 72 et 168 heures d'hydratation et pourrait s'expliquer par l'initiation des réactions du laitier, qui ont produit un retrait chimique supplémentaire. La faible valeur du retrait chimique au jeune âge du SL1-50_{SF} peut être attribuée à la teneur élevée en SP, qui a un effet retardateur.

La courbe de retrait chimique du mélange contenant 30 % de SL2 (SL2-30_{SF}) montre une évolution plus rapide. À tous les âges, SL2-30_{SF} présente la valeur la plus élevée. Ceci peut s'expliquer par la plus faible teneur en SP et donc par la réaction accélérée du mélange, qui génère une augmentation du retrait chimique. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus dans la première partie de ce chapitre (section 4.2.2.). Il a été démontré que la pâte P-SL2 a un retrait chimique élevé par rapport à la pâte à base de SL1. Cette accélération se reflète dans la croissance de la courbe. Il convient de mentionner que l'activation mécanique favorise la réaction d'hydratation. Comme le prouve le test de calorimétrie isotherme, plus la finesse est élevée, plus le taux d'hydratation est important. Après 7 jours, la valeur de retrait chimique du SL2-30_{SF} est de $38,4 \text{ mm}^3/\text{g}$ de liant, soit environ 33 % et 37 % plus élevée que celle des mélanges Ref_{SF} et SL1-30_{SF}, respectivement. Ce résultat démontre que la contraction chimique importante de $38,4 \text{ mm}^3/\text{g}$ de liant, obtenue pour un mélange incorporant un laitier superfin, est due à la fois à l'hydratation du clinker et à une plus grande quantité de particules fines de laitier. Dans le cas d'une substitution de 50 % du ciment par du SL2, on observe qu'à 24 h d'hydratation, le retrait chimique du SL2-50_{SF} est de $18,5 \text{ mm}^3/\text{g}$ de liant, contre $18,1 \text{ mm}^3/\text{g}$ de liant et $23,3 \text{ mm}^3/\text{g}$ de liant, respectivement, pour les mélanges Ref_{SF} et SL2-30_{SF}. À ce stade, la différence de valeurs entre les mélanges SL2-50_{SF} et SL2-30_{SF} peut être justifiée par la teneur élevée en SP du mélange SL2-50_{SF} par rapport au SL2-30_{SF}, qui peut induire un retard dans le processus d'hydratation. Toutefois, à mesure que

l'hydratation progresse, l'effet retardateur peut être compensé par le déclenchement de réactions du laitier qui produisent un retrait chimique supplémentaire. Par conséquent, la différence entre le mélange SL2-50_{SF} et le mélange avec 30 % de SL2 s'est réduite. Après 168 heures, SL2-50_{SF} a une contraction chimique de 36,6 mm³/g de liant. Les mêmes tendances sont observées avec les mélanges SL1-30_{SL2} et SL2-30_{SL2}. À 24 h, SL1-30_{SL2} présente la même valeur de retrait chimique que la matrice de référence Ref_{SL2}, et SL2-30_{SL2} présente une valeur de retrait chimique supérieure de 3 % à celle de Ref_{SL2}. Ensuite, le taux d'évolution du retrait chimique des matrices avec le laitier augmente.

4.3.5. Retrait endogène des BUHP

Il convient de noter que les travaux de recherche menés sur les variations volumiques endogènes des mélanges de BUHP multicomposants sont très rares. La majorité des études réalisées sur le retrait endogène des BUHP se concentrent sur des mesures linéiques [Mounanga *et al.*, 2012 ; Caixia *et al.*, 2018 ; Shen *et al.*, 2018]. L'objectif de ce travail expérimental est donc d'étudier le retrait endogène volumique d'un BUHP autoplaçant dans lequel une partie du ciment a été remplacée par des LHF de deux finesses différentes. Les déformations volumiques sont converties en déformations linéiques. Dans ce qui suit, il convient de souligner que les résultats sont exprimés en $\mu\text{m}/\text{m}$. L'évolution du retrait endogène au jeune âge, mesuré dès les premières minutes après le malaxage, est illustrée sur la **Figure 4.12**.

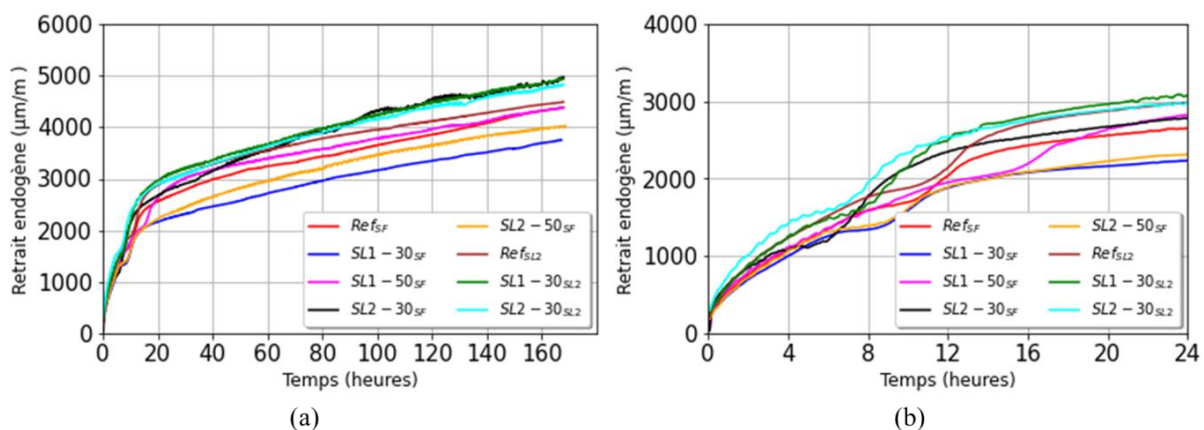


Figure 4.12 : Évolution du retrait endogène des BUHP : (a) pour les premiers 7 jours et (b) pour les premières 24 heures.

Comme prévu, en raison de la teneur élevée en pâte, du très faible rapport E/L et de l'absence de granulats grossiers dans le mélange de BUHP, un retrait endogène prononcé s'est développé. La **Figure 4.12** montre que les différents mélanges étudiés présentent un retrait endogène élevé. Les valeurs de retrait endogène varient de 3753 $\mu\text{m}/\text{m}$ (SL1-30_{SF}) à 4942 $\mu\text{m}/\text{m}$ (SL1-30_{SL2}) pour tous les mélanges testés à 7 jours. Mounanga *et al.* [Mounanga *et al.*, 2012] ont testé un BUHP de composition similaire (ERPC_4) en utilisant un dispositif de retrait horizontal et ont mesuré un retrait endogène en conditions libres d'environ 3600 $\mu\text{m}/\text{m}$ après 100 heures d'hydratation. Les résultats indiquent que le retrait endogène est très élevé pendant le durcissement, c'est-à-dire entre 24 et 72 heures après le coulage. Il apparaît clairement que la majeure partie du retrait endogène se produit au cours des premières heures suivant le malaxage. À 24 heures, au moins 56 % du retrait endogène volumique total (mesuré à 7 jours) ont été enregistrés pour tous les mélanges considérés. En se focalisant sur les premières 24 heures d'hydratation, l'écart entre les courbes de retrait endogène des différents mélanges de BUHP peut être dû à la teneur variable en SP et/ou à la présence d'ajouts minéraux ayant des réactivités différentes. Par exemple, la **Figure 4.12 (b)** montre clairement que l'apparition d'un deuxième point d'inflexion pour le mélange SL1-50_{SF} (à environ 15 h) est plus tardive que celle du SL1-30_{SF} (à environ 8,5 h). Ce retard peut être

expliqué par l'effet combiné de la dilution et de la teneur en SP. Après 24 heures, les tendances de la courbe de retrait endogène sont assez linéaires et parallèles les unes aux autres.

Pour les mélanges de référence (Ref_{SF} et Ref_{SL2}), on constate que Ref_{SL2} présente un retrait endogène légèrement plus élevé que Ref_{SF} à tous les âges, tout en gardant à l'esprit que les résultats restent comparables. Cette tendance confirme les résultats obtenus par l'essai de retrait chimique. À 168 h, la valeur de la déformation endogène pour Ref_{SL2} est de 4483 $\mu m/m$, contre 4380 $\mu m/m$ pour le béton Ref_{SF} . Bien que la majorité des études démontrent que la FS augmente le retrait endogène du BUHP, cet effet n'a pas été observé dans notre cas. Une réduction de la teneur en FS (9 % dans ce travail) peut réduire le taux de la porosité fine et donc réduire le retrait endogène. Une deuxième cause de la déformation plus importante de la matrice contenant SL2 (Ref_{SL2}) est la teneur élevée en SL2 due à la substitution volumique (la masse de SL2 est supérieure à celle de la FS).

Comme on peut l'observer sur la **Figure 4.12**, le béton contenant 30 % de SL1 ($SL1-30_{SF}$) présente un retrait endogène moins important au cours des 7 premiers jours. Il a été constaté que 30 % de SL1 (pour le mélange $SL1-30_{SF}$) réduit le retrait endogène d'environ 15,8 %, 14,5 % et 14,3 % à 24 h, 72 h et 168 h, respectivement, par rapport au mélange de référence Ref_{SF} . Ces résultats corroborent ceux d'une précédente étude [Li *et al.*, 2020], dont les auteurs ont rapporté que le retrait total du BUHP incorporant du laitier est inférieur à celui du BUHP sans laitier. Lorsque la quantité de SL1 augmente, la consommation d'eau augmente et, par conséquent, l'auto-dessiccation du BUHP devient plus prononcée. Il est important de noter que $SL1-50_{SF}$ montre une légère augmentation du retrait endogène. Par exemple, le retrait endogène a augmenté de 4,6 % à 3 jours par rapport à celui de Ref_{SF} . Le retard d'hydratation causé par le SP (la teneur en SP dans $SL1-50_{SF}$ est plus élevée que dans Ref_{SF} et $SL1-30_{SF}$) et la réaction lente du SL1 conduisent à un retard de prise et une extension de la phase de déformation dominée par le retrait chimique et, par conséquent, le retrait endogène.

L'ajout de 30 % de laitier superfin (SL2) augmente le retrait endogène car ce laitier augmente l'auto-dessiccation en consommant l'hydroxyde de calcium [Liu et Hansen, 2016]. Par rapport au Ref_{SF} , une augmentation de 12,8 % a été enregistrée pour le mélange $SL2-30_{SF}$ à 7 jours. Cette augmentation peut être expliquée par la réactivité relativement élevée du SL2. Lorsque la finesse du laitier augmente, l'hydratation des matériaux cimentaires se produit rapidement, la consommation d'eau augmente et, par conséquent, l'auto-dessiccation du BUHP devient plus sévère. Ces résultats sont cohérents avec ceux obtenus pour les pâtes. En effet, on a constaté que le retrait endogène de P-SL2 est plus important que ceux des pâtes à base de ciment et de SL1 (section 4.2.3.). Contrairement à un taux de substitution de 30 %, on observe clairement que $SL2-50_{SF}$ présente un retrait endogène plus faible que Ref_{SF} et $SL2-30_{SF}$. Ce phénomène est lié à l'effet de dilution. Une autre explication de la moindre déformation endogène du $SL2-50_{SF}$ réside dans les forces interparticulaires. À un taux de remplacement élevé, les forces d'attraction peuvent dominer et les particules de laitier super fines peuvent se comporter comme du laitier grossier. Pour cette raison, le mélange $SL2-50_{SF}$ présente une réponse au retrait assez similaire à celle du $SL1-30_{SF}$. Les résultats obtenus concordent avec ceux de Yang *et al.* [Yang *et al.*, 2019 (b)], qui ont déclaré qu'à mesure que le pourcentage de remplacement du ciment par du laitier augmente, l'hydratation peut être ralentie et l'effet de dilution du ciment peut améliorer la stabilité volumique des BUHP. En d'autres termes, le volume important de laitier peut diminuer le retrait endogène du BUHP.

Comme le mélange $SL2-30_{SF}$, les bétons $SL1-30_{SL2}$ et $SL2-30_{SL2}$ sont également plus sensibles à l'auto-dessiccation et, par conséquent, au retrait endogène. Ces bétons présentent un comportement proche de celui du $SL2-30_{SF}$, comme l'illustre la **Figure 4.12**. Les échantillons contenant 30 % de laitier (SL1 ou SL2) et SL2 à la place de FS présentent un retrait endogène significatif au jeune âge. En fait, l'incorporation de SL2 peut accélérer le processus d'hydratation en raison de la surface importante et hautement réactive des particules, ce qui entraîne la formation d'une plus grande quantité de silicate de

calcium hydraté (C-S-H). L'effet physique des particules de LHF, par la nucléation hétérogène des hydrates produits, conduit à une accélération du processus d'hydratation. L'augmentation de la teneur en Portlandite entraîne une plus grande activité pouzzolanique du laitier superfin. La réaction pouzzolanique du laitier augmente la consommation d'hydroxyde de calcium, qui à son tour augmente la consommation d'eau. L'augmentation de la consommation d'eau, par les réactions hydrauliques et pouzzolaniques, induit une auto-dessiccation plus importante. Par conséquent, le LHF augmente le retrait endogène en raison de l'affinement de la structure des pores et de l'épuisement accru de l'eau [Liu *et al.*, 2018]. Le laitier est l'un des additifs marqués par un module plus faible. Cela induit un retrait plus important qu'une pâte de ciment soumise à une tension capillaire interne identique. Lura *et al.* [Lura *et al.*, 2009] ont rapporté que la distribution plus fine des pores des pâtes de laitier-ciment augmente la dépression capillaire, engendrant ainsi un retrait plus prononcé.

Afin d'évaluer la tendance du retrait endogène au-delà de 7 jours, un contrôle de la déformation a été effectué sur trois formulations (Ref_{SF}, SL2-50_{SF} et SL2-30_{SL2}) pendant au moins trois semaines. Les résultats des mesures sont exposés sur la **Figure 4.13**. À long terme, SL2-30_{SL2} présente toujours un retrait plus important que la formule de référence. Cependant, le mélange contenant 50 % de SL2 montre le retrait le plus faible. Pour toutes les formules étudiées, les résultats indiquent une évolution relativement faible entre 7 jours et un stade plus avancé (plus de 3 semaines d'hydratation). Par exemple, le retrait endogène du béton SL2-30_{SL2} est de 4819 $\mu\text{m}/\text{m}$ à 7 jours. Cette déformation atteint 6273 $\mu\text{m}/\text{m}$ après 30 jours.

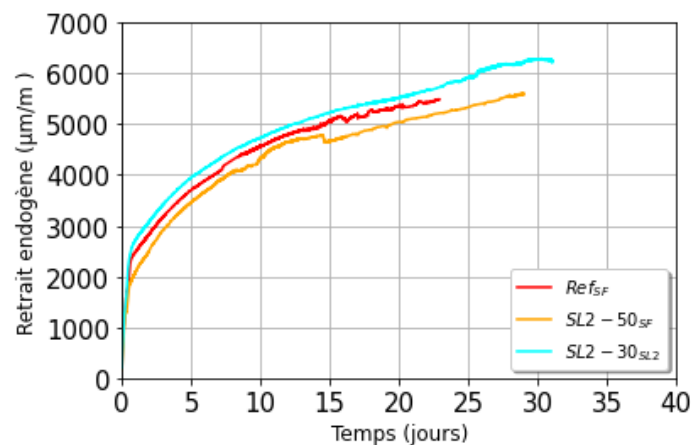


Figure 4.13 : Évolution du retrait endogène des BUHP sur un mois.

Un point important à noter ici est que les mesures de déformation sont effectuées dans des conditions quasi-isothermes (20 °C). Par conséquent, les déformations thermiques peuvent être négligées dans ce cas. En effet, il est bien connu que le durcissement du béton s'accompagne d'un dégagement de chaleur par la réaction chimique d'hydratation (réaction exothermique). En l'absence d'échange de chaleur avec le milieu extérieur, par exemple pour un béton de laboratoire placé dans un environnement isolé (calorimètre semi-adiabatique), ou, dans une moindre mesure, pour la partie de béton au cœur d'une paroi très épaisse, la chaleur dégagée provoque une élévation de température qui peut atteindre 30 à 60 °C par rapport à la température ambiante. Le retour à la température ambiante entraîne donc un retrait thermique, qui peut à son tour induire des fissures dans la structure du béton. Le pic de température est généralement atteint dans les premières 24 heures après le bétonnage. Après ce pic, la température peut mettre plusieurs jours pour redescendre à la température ambiante, en fonction de l'épaisseur de la structure. Dans cette étude, les échantillons de béton sont testés dans des conditions semi-adiabatiques pour simuler l'hydratation au cœur de la masse de béton. Les résultats de la calorimétrie semi-adiabatique seront communiqués au chapitre 5. Les températures maximales mesurées sont de 69,8 °C,

63,4 °C et 80,6 °C pour les mélanges Ref_{SF}, SL2-50_{SF} et SL2-30_{SL2}, respectivement. Ces résultats confirment que dans le cas d'un béton de masse et dans des conditions plus réelles, le mélange SL2-30_{SL2} présente un risque de fissuration plus élevé.

4.3.6. Analyse croisée

Les résultats expérimentaux suggèrent que l'incorporation de 30 % de laitier (SL1 ou SL2) réduit le dosage en SP, sans toutefois affecter l'ouvrabilité. Les résultats de la calorimétrie isotherme ont montré que la présence d'une faible teneur en laitier (30 %) permet d'accélérer le processus d'hydratation. Cet effet d'accélération, dû à la présence de particules fines, est d'origine à la fois chimique et physique. Il convient de noter que la teneur réduite en SP est également impliquée dans l'accélération de l'hydratation. Avec une teneur élevée en SL1 (50 %), il a été constaté que l'effet de dilution domine et que les particules de laitier augmentent la demande en SP, ce qui entraîne un retard d'hydratation et un allongement du temps de prise. Pour 50 % de laitier superfin, un effet d'accélération a été observé. En raison de la surface lisse et de l'effet physique des particules de SL2, la demande en SP a diminué.

Le retrait chimique étant une conséquence directe des réactions d'hydratation, l'accélération de l'hydratation du ciment due à la présence de laitier superfin induit une augmentation du retrait chimique. En outre, la présence de LHF modifie les produits d'hydratation. En raison de sa réactivité relativement élevée, le SL2 peut réagir plus rapidement que le SL1. Afin de relier la contraction de Le Chatelier à l'évolution physico-chimique du matériau, les résultats du retrait chimique en fonction de la chaleur d'hydratation sont présentés sur la **Figure 4.14**. Il apparaît clairement que pour chaque mélange de BUHP, une relation quasi-linéaire existe entre les deux paramètres, indépendamment du dosage et de la finesse du laitier.

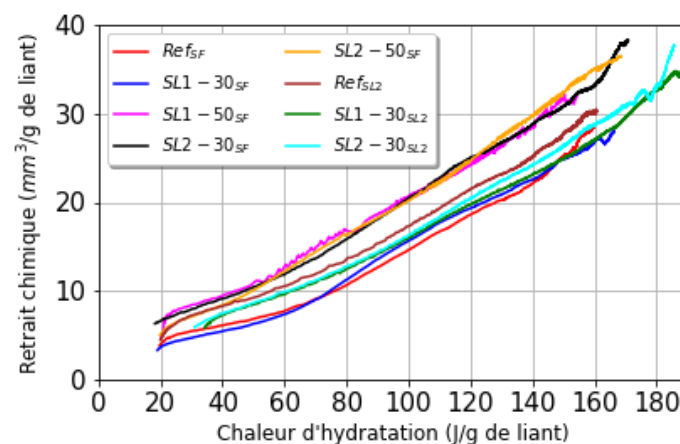


Figure 4.14 : Retrait chimique en fonction de la chaleur d'hydratation des BUHP.

Cette section regroupe les résultats des cinétiques de retrait chimique et endogène, ainsi que ceux de la cinétique d'hydratation, afin d'établir une analyse comparative des différentes déformations correspondant à l'évolution du flux de chaleur du matériau. La **Figure 4.15** illustre ces différents paramètres pour le béton de référence (Ref_{SF}). Le retrait chimique et le retrait endogène sont exprimés en mm³/g de liant. Le flux de chaleur d'hydratation est exprimé en mW/g de liant.

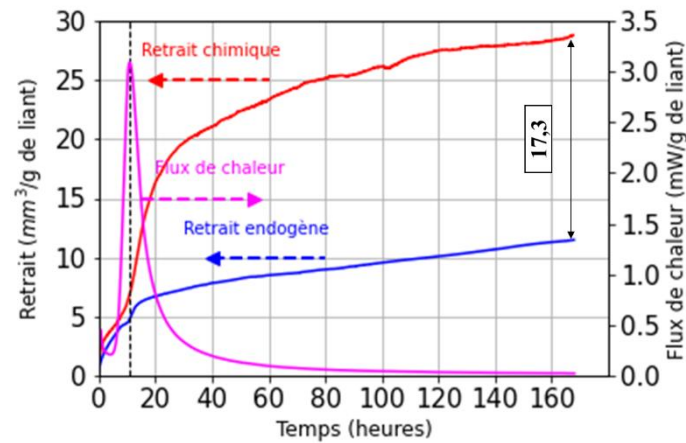


Figure 4.15 : Cinétiques des déformations et de flux de chaleur d'hydratation de RefSF.

On constate que le flux de chaleur d'hydratation atteint son maximum à 657 min. Pratiquement au même moment, les courbes de retrait chimique et endogène passent d'un régime à l'autre, en passant par un point d'inflexion. Le pic du flux de chaleur reflète la forte activité chimique du ciment. La transition entre le retrait chimique et l'auto-dessiccation est généralement marquée par un aplatissement de la courbe de retrait endogène. Jusqu'à la fin de la prise, le retrait chimique et le retrait endogène sont presque égaux. Après la fin de prise, une différence considérable est observée entre ces valeurs (avec 17,3 mm³/g de liant pour Ref_{SF} à 7 jours). Le point marquant la transition entre ces deux déformations indique généralement la formation du squelette solide, c'est-à-dire la période de prise, au cours de laquelle le matériau commence à durcir et à développer une rigidité qui lui permet de résister à la déformation. Pour le mélange Ref_{SF}, les temps de début et de fin de prise sont respectivement de 345 et 430 minutes. On peut conclure que pour l'échantillon de référence, la divergence entre le retrait chimique et le retrait endogène se produit pendant la période de prise.

Le retrait endogène est particulièrement problématique au jeune âge dans les matrices cimentaires à faible rapport E/L et peut même être à l'origine d'une fissuration précoce du matériau. La teneur élevée en liant augmente considérablement son amplitude et induit un risque élevé de fissuration précoce. Afin d'identifier l'effet réel du retrait endogène sur le risque de fissuration des BUHP à base de laitier, il est important d'étudier en profondeur l'évolution de cette déformation. Il est intéressant de souligner que l'évolution rapportée de la déformation endogène, dans des conditions libres, dépend largement du choix du "temps-zéro" (le temps de début de la mesure du retrait endogène) [Huang et Ye, 2017]. Une mauvaise définition de ce temps de référence peut conduire à des interprétations diverses du comportement d'un même béton [Darquennes et al., 2011]. Afin de mieux visualiser le risque de fissuration, nous avons isolé les déformations qui se produisent à partir du début de prise (matrice rigide). C'est à partir de ce stade que des phases solides pourraient se former. Les résultats du retrait chimique et du retrait endogène volumique, suivis à partir du temps de début de prise, sont donnés sur la **Figure 4.16** et la **Figure 4.17**, respectivement.

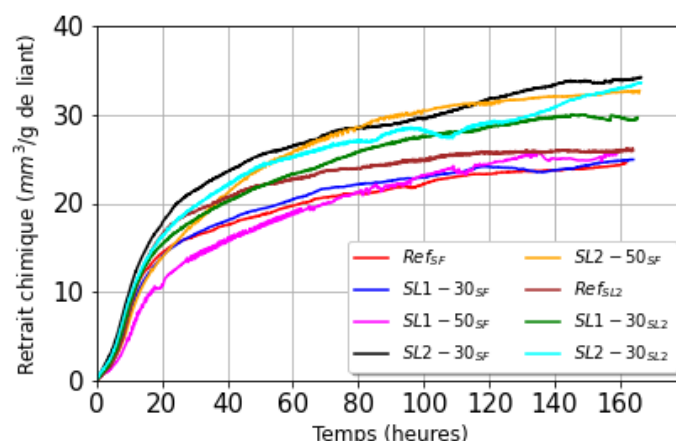


Figure 4.16 : Retrait chimique des BUHP avec le "temps-zéro" (le temps de début de prise).

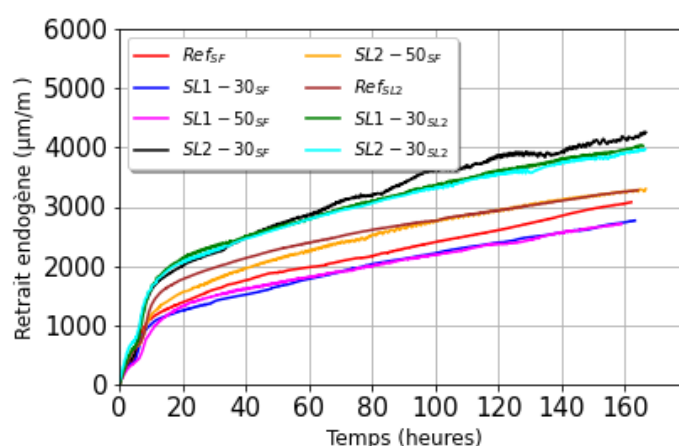


Figure 4.17 : Retrait endogène des BUHP avec le "temps-zéro" (le temps de début de prise).

Comme le montre clairement la **Figure 4.16**, l'évolution de la contraction chimique mesurée à partir du temps de début de prise suit la même tendance que les courbes de retrait chimique enregistré à l'état frais (c'est-à-dire immédiatement après la fin du malaxage). Il est bien connu que la contraction de Le Chatelier se développe avant la prise de la matrice ; elle correspond principalement à la dissolution des minéraux du clinker, à l'hydratation de l'anhydrite et à la précipitation de l'ettringite [Beltzung et Wittmann, 2001], ainsi qu'à l'équilibre négatif entre le volume absolu des hydrates formés et celui des réactifs. La réduction observée des amplitudes peut s'expliquer par le fait qu'une partie du retrait chimique s'est développée avant la prise. La **Figure 4.17** montre qu'une partie significative (plus de 47 %) du retrait endogène (calculé à partir du temps de début de prise) de tous les mélanges étudiés au cours des 7 premiers jours s'est produite dans les 24 premières heures après le temps de début de prise. Plus de 14 % du retrait endogène (mesuré à partir de toutes premières minutes après le malaxage) ont été atteints avant le temps de début de prise. La tendance des courbes de retrait endogène des mélanges de BUHP avec le "temps-zéro" (le temps de début de prise) a été légèrement modifiée. Ces changements sont liés à la modification de la microstructure autour du temps de début de prise. Après le "temps-zéro", le squelette rigide est créé avec une rigidité suffisante, et le retrait chimique ne peut pas être entièrement transformé en une variation de volume externe [Huang et Ye, 2017]. Il a été constaté que SL1-30_SF et SL1-50_SF présentaient la même déformation endogène, qui est inférieure à celle du mélange de référence Ref_SF. La déformation endogène de ces bétons, exprimée à partir de ce temps-zéro, est caractérisée par une expansion de leur matrice cimentaire. Ces observations sont en accord avec celles de Darquennes *et al.* [Darquennes *et al.*, 2011]. Les trois mélanges (SL2-30_SF, SL1-30_SL2 et SL2-30_SL2) présentent

toujours le risque de fissuration le plus élevé. Il est évident que le retrait endogène de ces mélanges augmente plus rapidement que pour les bétons de référence, avec l'avancement de la réaction d'hydratation. Les mélanges à base de SL2 ont une porosité très fine. Pour cette raison, le retrait endogène prononcé est observé pour les mélanges SL2-30_{SF}, SL1-30_{SL2} et SL2-30_{SL2}. Le principal mécanisme à l'origine de l'auto-dessiccation est la variation de la dépression capillaire. Selon les lois de Kelvin- Laplace, l'intensité de la dépression capillaire est inversement proportionnelle au rayon des pores. Avec la progression de la réaction d'hydratation, la génération des C-S-H supplémentaires par l'hydratation du laitier remplit la porosité développée au jeune âge. Par conséquent, avec un taux élevé de SL2 (SL2-50_{SF}), une réduction du retrait endogène a été observée par rapport au SL2-30_{SF}.

On peut conclure que l'augmentation de la finesse du laitier augmente le retrait endogène et, par conséquent, le risque de fissuration. Ce phénomène est lié à la porosité plus fine qui entraîne une plus grande dépression capillaire. Une explication possible de la différence de comportement de retrait entre le laitier ordinaire et le laitier superfin pourrait concerner l'humidité relative interne. Comme mentionné précédemment, SL2 est caractérisé par une réactivité élevée. La réaction pouzzolanique du SL2 augmente la consommation d'hydroxyde de calcium, qui à son tour augmente la consommation d'eau. La consommation d'eau plus élevée par suite de l'auto-dessiccation conduit à une humidité relative interne plus faible et donc à une dépression capillaire plus importante.

4.4. Conclusion

Ce chapitre a porté sur les propriétés au jeune âge des différents BUHP étudiés, en mettant l'accent sur l'effet de la finesse et du dosage du laitier sur ces dernières. L'analyse des résultats de ce chapitre, menée sur le comportement à court terme, a mis en évidence les principaux points suivants :

- La substitution de 30 % du ciment par du laitier (SL1 ou SL2) réduit le dosage du SP dans les mélanges de BUHP. À faible dosage, le LHF améliore la maniabilité, accélère le temps de prise et favorise le processus d'hydratation du ciment grâce à la réduction de la teneur en SP et à l'effet de nucléation. Cet impact se traduit par une augmentation de la chaleur de réaction. L'augmentation de la finesse du laitier résulte en une réduction plus importante de la teneur en SP et certainement une augmentation du nombre de sites de nucléation. Ainsi, un effet d'accélération est plus visible avec 30 % de laitier superfin.
- Pour un taux élevé de laitier ordinaire (50 %), l'effet lubrifiant de SL1 et l'effet fluidifiant de SP semblent être atténués par la demande en eau des particules de laitier. Dans ce cas, une augmentation de la teneur en SP a été nécessaire pour obtenir la même maniabilité que la formule de référence. Ceci retarde l'hydratation du ciment et prolonge les temps de prise. L'incorporation de 50 % de SL2 améliore la maniabilité du mélange par l'effet lubrifiant des particules super fines. L'effet bénéfique d'une haute finesse tend à accélérer les temps de prise et la réaction d'hydratation.
- Le remplacement de 30 % du ciment par du laitier ordinaire (SL1) entraîne une légère diminution du retrait chimique et endogène, en raison de sa plus faible réactivité. Le retrait le plus prononcé a été observé, plus clairement, dans les mélanges contenant 30 % de laitier superfin. Comme indiqué, l'augmentation de la finesse du laitier favorise le processus d'hydratation, ce qui tend à accélérer l'évolution des contractions chimiques et endogènes. Le retrait endogène plus élevé des mélanges à base de laitier superfin peut s'expliquer par la finesse plus importante du laitier, le retrait chimique plus élevé et le module d'Young plus faible de la matrice laitier-ciment. Une autre raison de la déformation élevée de la matrice à base de SL2 est la distribution plus fine des pores, qui augmente la dépression capillaire, conduisant ainsi à un retrait plus prononcé et, par conséquent, à un risque de fissuration plus élevé.
- Un taux de substitution élevé (50 %) par SL2 ne présente pas d'effet significatif sur la contraction chimique, par rapport à un taux de 30 %. Par contre, 50 % de SL2 modifie significativement l'évolution

du retrait endogène, conservant toujours la valeur la plus élevée pour les mélanges incorporant 30 % de laitier superfin.

À l'issue de ce chapitre, le comportement au jeune âge des BUHP à base de LHF a été étudié. Par la suite, il est intéressant d'évaluer l'effet de la finesse et du dosage du laitier sur les propriétés mécaniques, l'empreinte carbone et le coût des BUHP. Ceci fait l'objet du prochain chapitre.

Références

- [Abbas *et al.*, 2016] S. Abbas, M.L. Nehdi, M.A. Saleem, Ultra-high performance concrete: mechanical performance, durability, sustainability and implementation challenges, *Int. J. Concr. Struct. Mater.* 10 (3) (2016) 271–295.
- [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)] O.M. Abdulkareem, A. Ben Fraj, M. Bouasker, A. Khelidj, Mixture design and early age investigations of more sustainable UHPC, *Constr. Build. Mater.* 163 (2018) 235–246.
- [Abdulkareem *et al.*, 2018 (b)] O.M. Abdulkareem, A.B. Fraj, M. Bouasker, A. Khelidj, Effect of chemical and thermal activation on the microstructural and mechanical properties of more sustainable UHPC, *Constr. Build. Mater.* 169 (2018) 567–577.
- [Ahmed *et al.*, 2021] T. Ahmed, M. Elchalakani, A. Karrech, M.S. Mohamed Ali, L. Guo, Development of ECO-UHPC with very-low-C3A cement and ground granulated blast-furnace slag, *Constr. Build. Mater.* 284 (2021) 122787.
- [Ballim *et al.*, 2009] Y. Ballim, P.C. Graham, The effects of supplementary cementing materials in modifying the heat of hydration of concrete, *Mater. Struct.* 42 (2009) 803–811.
- [Baroghel *et al.*, 2001] V. Baroghel-Bouny, A. Kheirbek, Effect of mix-parameters on autogenous deformations of cement pastes—microstructural interpretations, *Concr. Sci. Eng.* 3 (9) (2001) 23–38.
- [Beltzung *et al.*, 2001] F. Beltzung, F.H. Wittmann, “Early chemical shrinkage due to dissolution and hydration of cement”, *Mater. Struct.*, 34 (5) (2001) 279–283.
- [Ben Fraj *et al.*, 2019] A. Ben Fraj, S. Bonnet, N. Leklou, A. Khelidj, Investigating the early-age diffusion of chloride ions in hardening slag-blended mortars on the light of their hydration progress, *Constr. Build. Mater.* 225 (2019) 485–495.
- [Bouasker *et al.*, 2014] M. Bouasker, N. El Houda Khalifa, P. Mounanga, N. Ben Kahla, Early-age deformation and autogenous cracking risk of slag–limestone filler-cement blended binders, *Constr. Build. Mater.* 55 (2014) 158–167.
- [Bougara *et al.*, 2009] A. Bougara, C. Lynsdale, K. Ezziane, Activation of Algerian slag in mortars, *Constr. Build. Mater.* 23 (2009) 542–547.
- [Caixia *et al.*, 2018] L. Caixia, S. Zhilin, Y. Liqi, Z. Guorong, Study on autogenous shrinkage characteristic and mechanism of ultra-high performance cementitious composite. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* 324, 012037, 2018.
- [Camiletti *et al.*, 2013] J. Camiletti, A. M. Soliman, and M. L. Nehdi, Effects of nano-and micro-limestone addition on early-age properties of ultrahigh-performance concrete, *Mater. Struct.*, 46 (6) (2013) 881–898.
- [Cheyrezy *et al.*, 1995] M. Cheyrezy, V. Maret, L. Frouin, Microstructural analysis of RPC (reactive powder concrete), *Cem. Concr. Res.* 25 (7) (1995) 1491–1500.
- [Cyr *et al.*, 2005] M. Cyr, P. Lawrence, E. Ringot, Mineral admixtures in mortars. Quantification of the physical effects of inert materials on short-term hydration, *Cem. Concr. Res.* 35 (2005) 719–730.
- [Darquennes *et al.*, 2011] A. Darquennes, S. Staquet, M-P. Delplancke-Ogletree, B. Espion, Effect of autogenous deformation on the cracking risk of slag cement concretes, *Cem. Concr. Compos.* 33 (2011) 368–379.
- [Divet *et al.*, 2013] L. Divet, R. Le Roy, Étude de la durabilité vis-à-vis de la corrosion des armatures des bétons formulés avec des ciments à forte teneur en laitier de haut fourneau, *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, 2013, 280-281, pp 63-84.
- [Ghafari *et al.*, 2014] E. Ghafari, H. Costa, E. Júlio, A. Portugal, L. Durães, The effect of nanosilica addition on flowability, strength and transport properties of ultra high performance concrete, *Mater. Des.* 59 (2014) 1–9.
- [Ghafari *et al.*, 2016] E. Ghafari, S.A. Ghahari, H. Costa, E. Júlio, A. Portugal, L. Durães, Effect of supplementary cementitious materials on autogenous shrinkage of ultra-high performance concrete, *Constr. Build. Mater.* 127 (2016) 43–48.
- [Gupta, 2016] S. Gupta, Effect of content and fineness of slag as high volume cement replacement on strength and durability of ultra-high performance mortar, *J. Build. Mater. Struct.* 3 (2016) 43–54.
- [Han *et al.*, 2015] F. Han, Z. Zhang, D. Wang, P. Yan, Hydration kinetics of composite binder containing slag at different temperatures, *J Therm Anal Calorim* 121 (2015) 815–827.
- [Holt, 2001] E. Holt, Early age autogenous shrinkage of concrete, Publication of the technical research centre of Finland, 2001.
- [Huang *et al.*, 2017] H. Huang, G. Ye, Examining the “time-zero” of autogenous shrinkage in high/ultra-high performance cement pastes, *Cem. Concr. Res.* 97 (2017) 107–114.
- [Jang *et al.*, 2014] J.G. Jang, N.K. Lee, H.K. Lee, Fresh and hardened properties of alkali-activated fly ash/slag pastes with superplasticizers, *Constr. Build. Mater.* 50 (2014) 169–176.
- [Kim *et al.*, 2015] H. Kim, T. Koh, S. Pyo, Enhancing flowability and sustainability of ultra high performance concrete incorporating high replacement levels of industrial slags, *Constr. Build. Mater.* 123 (2015) 153–160.
- [Korpa *et al.*, 2008] A. Korpa, R. Trettin, Ultra high performance cement-based composites with advanced properties containing nanoscale pozzolans, in: *Proceedings of the Second International Symposium on Ultra High Performance Concrete*, Kassel, Germany, 2008.
- [Lavergne *et al.*, 2019] F. Lavergne, R. Belhadi, J. Carriat, A. Ben Fraj, Effect of nano-silica particles on the hydration, the rheology and the strength development of a blended cement paste, *Cem. Concr. Compos.* 95 (2019) 42–55.

- [Li *et al.*, 2014] Y. Li, C. Yang, Y. Zhang, J. Zheng, H. Guo, M. Lu, Study on dispersion, adsorption and flow retaining behaviors of cement mortars with TPEG-type polyether kind polycarboxylate superplasticizers, *Constr. Build. Mater.* 64 (2014) 324–332.
- [Li *et al.*, 2017] P.P. Li, Q.L. Yu, H.J.H. Brouwers, Effect of PCE-type superplasticizer on early-age behaviour of ultra-high performance concrete (UHPC), *Constr. Build. Mater.* 153 (2017) 740–750.
- [Li *et al.*, 2020] S. Li, S. Cheng, L. Mo, M. Deng, Effects of steel slag powder and expansive agent on the properties of ultra-high performance concrete (UHPC): Based on a case study. *Materials* 2020, 13, 683.
- [Li *et al.*, 2021] G. Li, H. Tan, J. Zhang, X. Deng, X. Liu, Z. Luo, Ground granulated blast furnace slag/fly ash blends activated by sodium carbonate at ambient temperature, *Constr. Build. Mater.* 291 (2021) 123378.
- [Liu *et al.*, 2018] Z. Liu, S. El-Tawil, W. Hansen, F. Wang, Effect of slag cement on the properties of ultra-high performance concrete. *Constr. Build. Mater.* 190 (2018) 830–837.
- [Liu *et Hansen*, 2016] Z. Liu, W. Hansen, Aggregate and slag cement effects on autogenous shrinkage in cementitious materials. *Constr. Build. Mater.* 121 (2016) 429–436.
- [Lura *et al.*, 2009] P. Lura, O.M. Jensen, J. Weiss, Cracking in cement paste induced by autogenous shrinkage, *Mater. Struct.* 42 (8) (2009) 1089–1099.
- [Makar *et Chan*, 2009] J. M. Makar, and G. W. Chan, Growth of cement hydration products on single-walled carbon nanotubes, *J. Am. Ceram. Soc.*, 92 (6) (2009) 1303–1310.
- [Merzouki *et al.*, 2013] T. Merzouki, M. Bouasker, N. Khalifa, P. Mounanga, Contribution to the modeling of hydration and chemical shrinkage of slag-blended cement at early age. *Constr. Build. Mater.* 44 (2013) 368–380.
- [Mounanga *et al.*, 2011] P. Mounanga, M.I.A. Khokhar, R. El Hachem, A. Loukili, Improvement of the early-age reactivity of fly ash and blast furnace slag cementitious systems using limestone filler, *Mater. Struct.* 44 (2011) 437–453.
- [Mounanga *et al.*, 2012] P. Mounanga, K. Cherkaoui, A. Khelidj, M. Courtial, M.-N. de Noirfontaine, F. Dunstetter, Extrudable reactive powder concretes hydration, shrinkage and transfer properties, *Eur. J. Environ. Civ. Eng.* 16 (2012) 99–114.
- [NF EN 15167-1, 2006] NF EN 15167-1 : Laitier granulé de haut-fourneau moulu pour utilisation dans le béton, mortier et coulis - Partie 1 : définitions, exigences et critères de conformité. Afnor, 2006.
- [Özbay *et al.*, 2016] E. Özbay, M. Erdemir, H. I. Durmuş, Utilization and efficiency of ground granulated blast furnace slag on concrete properties—A review, *Constr. Build. Mater.* 105 (2016) 423–434.
- [Pal *et al.*, 2003] S.C. Pal, A. Mukherjee, S.R. Pathak, Investigation of hydraulic activity of ground granulated blast furnace slag in concrete, *Cem. Concr. Res.* 33 (2003) 1481–1486.
- [Park *et al.*, 2021] S. Park, S. Wu, Z. Liu, S. Pyo, The Role of Supplementary Cementitious Materials (SCMs) in Ultra High Performance Concrete (UHPC): A Review, *Materials* 14 (2021) 1406–1472.
- [Pyo *et Kim*, 2017] S. Pyo, H.-K. Kim, Fresh and hardened properties of ultra-high performance concrete incorporating coal bottom ash and slag powder, *Constr. Build. Mater.* 131 (2017) 459–466.
- [Randl *et al.*, 2014] N. Randl, T. Steiner, S. Ofner, E. Baumgartner, T. Mészöly. Development of UHPC mixtures from an ecological point of view. *Constr. Build. Mater.* 67 (2014) 373–378.
- [Richard *et Cheyrezy*, 1995] P. Richard, M. Cheyrezy, Composition of reactive powder concretes, *Cem. Concr. Res.* 25 (7) (1995) 1501–1511.
- [Samet *et Chaabouni*, 2004] B. Samet, M. Chaabouni, Characterization of the Tunisian blast-furnace slag and its application in the formulation of a cement, *Cem. Concr. Res.* 34 (2004) 1153–1159.
- [Shen *et al.*, 2018] P. Shen, L. Lu, Y. He, M. Rao, Z. Fu, F. Wang, S. Hu, Experimental investigation on the autogenous shrinkage of steam cured ultra-high performance concrete, *Constr. Build. Mater.* 162 (2018) 512–522.
- [Wang *et al.*, 2019] X. Wang, R. Yu, Q. Song, Z. Shui, Z. Liu, S. Wu, D. Hou, Optimized design of ultra-high performance concrete (UHPC) with a high wet packing density, *Cem. Concr. Res.* 126 (2019) 105921.
- [Wang *et al.*, 2021] X. Wang, C. Gong, J. Lei, J. Dai, L. Lu, X. Cheng, Effect of silica fume and nano-silica on hydration behavior and mechanism of high sulfate resistance Portland cement, *Constr. Build. Mater.* 279 (2021) 122481.
- [Wang, 2021] X. Wang, Analysis of hydration kinetics and strength progress in cement-slag binary composites at different temperatures, *J. Build. Eng.* 35 (2021), 101810.
- [Wongkeo *et al.*, 2013] W. Wongkeo, P. Thongsanitgarn, P. Chindaprasirt, A. Chaipanich, Thermogravimetry of ternary cement blends: effect of different curing methods, *J. Therm. Anal. Calorim.* 113 (2013) 1079–1090.
- [Xi *et al.*, 2022] J. Xi, J. Liu, K. Yang, S. Zhang, F. Han, J. Sha, X. Zheng, Role of silica fume on hydration and strength development of ultra-high performance concrete, *Constr. Build. Mater.* 338 (2022) 127600.
- [Xuan *et al.*, 2021] M.Y. Xuan, Y. Han, X.Y. Wang, The Hydration, Mechanical, Autogenous Shrinkage, Durability, and Sustainability Properties of Cement–Limestone–Slag Ternary Composites, *Sustain. J. Rec.* 2021, 13, 1881.
- [Yalçinkaya *et Çopuroğlu*, 2021] Ç. Yalçinkaya, O. Çopuroğlu, Hydration heat, strength and microstructure characteristics of UHPC containing blast furnace slag, *Journal of Building Engineering* 34 (2021) 101915.

- [Yalçinkaya et Yazıcı, 2017] Ç. Yalçinkaya, H. Yazıcı, Effects of ambient temperature and relative humidity on early-age shrinkage of UHPC with high-volume mineral admixtures, *Constr. Build. Mater.* 144 (2017) 252–259.
- [Yang et al., 2018] T. Yang, H. Zhu, Z. Zhang, X. Gao, C. Zhang, Q. Wu, Effect of fly ash microsphere on the rheology and microstructure of alkaliactivated fly ash/slag paste, *Cem. Concr. Res.* 109 (2018) 198–207.
- [Yang et al., 2019 (a)] L. Yang, C. Shi, Z. Wu, Mitigation techniques for autogenous shrinkage of ultra-high-performance concrete – A review, *Composites Part B* 178 (2019) 107456.
- [Yang et al., 2019 (b)] R. Yang, R. Yu, Z. Shui, X. Gao, X. Xiao, X. Zhang, Y. Wang, Y. He, Low carbon design of an Ultra-High Performance Concrete (UHPC) incorporating phosphorous slag, *J. Clean. Prod.* 240 (2019) 118157.
- [Zelić et al., 2000] J. Zelić, D. Rušić, D. Veža, R. Krstulović, The role of silica fume in the kinetics and mechanisms during the early stage of cement hydration, *Cem. Concr. Res.* 30 (2000), 1655–1662.
- [Zhang et al., 2015] Y. Zhang, X. Kong, Correlations of the dispersing capability of NSF and PCE types of superplasticizer and their impacts on cement hydration with the adsorption in fresh cement pastes, *Cem. Concr. Res.* 69 (2015) 1–9.
- [Zhou et al., 2020] Y. Zhou, J. Li, J. Lu, C. Cheeseman, C.S. Poon, Sewage Sludge Ash: A Comparative Evaluation with Fly Ash for Potential Use as Lime-Pozzolan Binders, *Constr. Build. Mater.* 242 (2020) 118160.
- [Zhou et al., 2022] Y. Zhou, S. Pu, F. Han, H. Zhang, Z. Zhang, Effect of ultrafine slag on hydration heat and rheology properties of Portland cement paste, *Powder Technology* 405 (2022) 117549.
- [Zhou et Zhang, 2021] Y. Zhou, Z. Zhang, Effect of fineness on the pozzolanic reaction kinetics of slag in composite binders: Experiment and modelling, *Constr. Build. Mater.* 273 (2021) 121695.

DEUXÈME PARTIE : PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

Chapitre 5 :

PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES, EMPREINTE CARBONE ET COÛT DES BUHP

[Ce chapitre est une traduction enrichie d'un article publié dans la revue internationale
"Journal of Building Engineering"]

[Moula *et al.*, 2023 (b)] S. Moula, A. Ben Fraj, T. Watzet, M. Bouasker, N. Bel Hadj Ali, Mechanical properties, carbon footprint and cost of Ultra-High Performance Concrete containing ground granulated blast furnace slag, Journal of Building Engineering, 2023, <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2023.107796>.

Table des matières

DEUXÈME PARTIE : PROGRAMME EXPÉRIMENTAL	160
<i>Chapitre 5 : Propriétés mécaniques, empreinte carbone et coût des BUHP</i>	162
5.1. Introduction.....	162
5.2. Évolution de la chaleur d'hydratation.....	162
5.3. Résultats de l'analyse thermogravimétrique (ATG)	166
5.4. Propriétés mécaniques des BUHP.....	170
5.4.1. Résistance à la compression	170
5.4.2. Résistance à la traction par fendage	172
5.5. Empreinte carbone	174
5.6. Analyse des coûts.....	177
5.7. Conclusion	180
Références.....	182

Liste des figures

Figure 5.1 : Flux de chaleur d'hydratation des BUHP.	163
Figure 5.2 : Dégagement de chaleur de réaction des BUHP.	163
Figure 5.3 : Évolution semi-adiabatique de la température dans les mélanges BUHP.	164
Figure 5.4 : (a) Résultats TG et (b) DTG des BUHP à l'âge de 3 jours.	167
Figure 5.5 : (a) Résultats TG et (b) DTG des BUHP à l'âge de 90 jours.	167
Figure 5.6 : Évolution de la résistance à la compression des BUHP.	170
Figure 5.7 : Résistance en traction par fendage des BUHP à 28 jours.	173
Figure 5.8 : Émissions en CO _{2éq} des BUHP optimisés.....	175
Figure 5.9 : Émissions totales en CO _{2éq} en fonction de la résistance à la compression à 28 jours des BUHP...	177
Figure 5.10 : Coût par m ³ des BUHP étudiés.....	178

Liste des tableaux

Tableau 5.1 : Caractéristiques d'hydratation des BUHP.	163
Tableau 5.2 : Eau liée chimiquement (%) ($\pm 0,2$).	167
Tableau 5.3 : Quantités de Portlandite mesurées par ATG (%) [410-520 °C] (± 0.1).	168
Tableau 5.4 : Résumé des résultats de résistance à la compression pour tous les échantillons de BUHP.	170
Tableau 5.5 : Émissions en CO _{2éq} des matières premières utilisées dans cette étude.	175
Tableau 5.6 : La résistance à la compression, les émissions de CO ₂ et l'indice carbone des BUHP.	176
Tableau 5.7 : Coûts des principaux constituants du BUHP (hors transport).....	177
Tableau 5.8 : Détails de l'analyse environnementale et économique.	179

Chapitre 5 : Propriétés mécaniques, empreinte carbone et coût des BUHP

Ce chapitre est consacré à l'analyse et à l'interprétation des résultats d'un programme expérimental visant à étudier l'influence de la finesse et du dosage du laitier sur les propriétés mécaniques (la compression et la traction par fendage) du BUHP. Afin de bien cerner cet effet, le dégagement de chaleur en conditions semi-adiabatiques a été évalué. Les résultats de l'analyse thermogravimétrique (ATG) seront également présentés. Pour terminer ce chapitre, l'empreinte carbone et les aspects économiques seront discutés.

5.1. Introduction

Le BUHP est un composite innovant à base de ciment qui présente des performances mécaniques élevées sous des charges de compression et de traction, ainsi qu'une excellente durabilité. Grâce à ces caractéristiques, le BUHP peut contribuer au développement de nouvelles perspectives architecturales et des systèmes structurels à durée de vie prolongée ; on s'attend donc à ce que l'utilisation du BUHP dans les applications coulées sur place augmente dans un avenir proche [Yalçinkaya et Çopuroğlu, 2021]. En raison de sa teneur élevée en ciment Portland, la chaleur d'hydratation du BUHP peut être relativement élevée par rapport à celle du béton conventionnel. Par conséquent, le laitier granulé de haut fourneau moulu peut être utilisé dans la conception du mélange de BUHP pour réduire la teneur en ciment Portland et ainsi limiter la chaleur d'hydratation tout en répondant aux exigences environnementales et techniques. Dans le cadre de cette étude, les effets du remplacement du LHF (0 %, 30 % et 50 %) sur la chaleur d'hydratation et les résistances mécaniques des BUHP sont étudiés. Enfin, ce chapitre sera complété par une analyse environnementale (empreinte carbone) et économique des huit formulations étudiées.

5.2. Évolution de la chaleur d'hydratation

En raison de sa teneur élevée en ciment, le BUHP présente une chaleur d'hydratation significativement plus élevée que le béton ordinaire et le béton à hautes performances (BHP). Dans cette étude, la possibilité d'incorporer de forts taux de LHF sans compromettre les performances mécaniques des BUHP a été explorée. Les évolutions du flux de chaleur et de chaleur de réaction des mélanges de BUHP avec différentes teneurs en laitier sont illustrées sur les **Figures 5.1** et **5.2**, respectivement. Les principales valeurs caractéristiques mesurées des courbes d'hydratation semi-adiabatique sont indiquées dans le **Tableau 5.1**, où $t_{\max}$ est le temps d'apparition du pic de flux de chaleur, $I_{\max}$ est l'intensité du pic d'hydratation et $Q_{\max}$ est la valeur maximale du dégagement de chaleur. Il convient de noter que les valeurs données ont été normalisées par rapport à la masse totale du liant. Les enregistrements de la température semi-adiabatique au cœur de l'échantillon sont tracés sur la **Figure 5.3**.

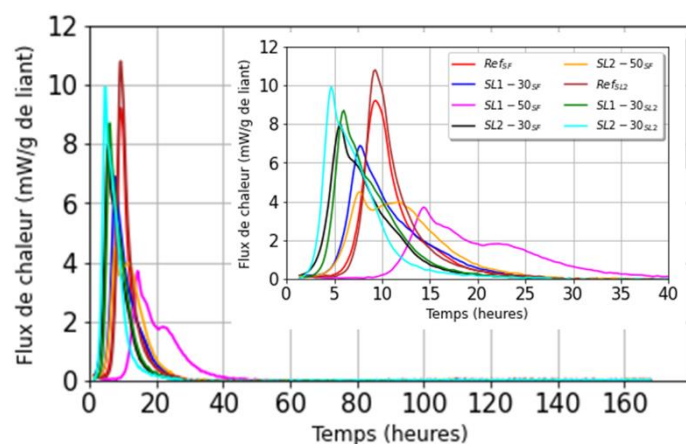


Figure 5.1 : Flux de chaleur d'hydratation des BUHP.

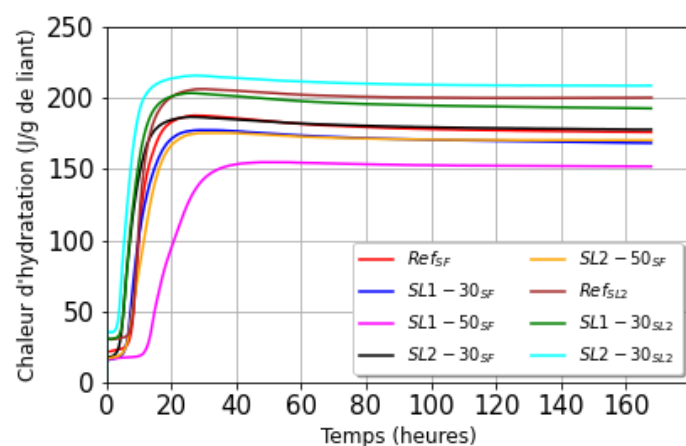


Figure 5.2 : Dégagement de chaleur de réaction des BUHP.

Tableau 5.1 : Caractéristiques d'hydratation des BUHP.

Mélanges	Chaleur de réaction cumulée		Temps du pic de flux de chaleur		Intensité maximale du flux de chaleur		Valeur mesurée de la température maximale (°C)
	Valeur mesurée $Q_{\max}$ (J/g liant)	Valeur normalisée $\frac{Q_{\max}}{Q_{\max}(Ref)}$ (—)	$t_{\max}$ (min)	Valeur normalisée $\frac{t_{\max}}{t_{\max}(Ref)}$ (—)	Valeur mesurée $I_{\max}$ (mW/g liant)	Valeur normalisée $\frac{I_{\max}}{I_{\max}(Ref)}$ (—)	
Ref _{SF}	187,8	1,00	561	1,00	9,2	1,00	69,8
SL1-30 _{SF}	177,5	0,95	461	0,82	6,9	0,75	64,1
SL1-50 _{SF}	155,0	0,83	860	1,53	3,7	0,40	53,3
SL2-30 _{SF}	186,8	0,99	341	0,61	8,0	0,87	71,4
SL2-50 _{SF}	175,7	0,94	461	0,82	4,5	0,49	63,4
Ref _{SL2}	206,5	1,10	557	0,99	10,8	1,17	73,0
SL1-30 _{SL2}	203,7	1,08	360	0,64	8,7	0,95	74,0
SL2-30 _{SL2}	216,1	1,15	280	0,50	9,9	1,08	80,6

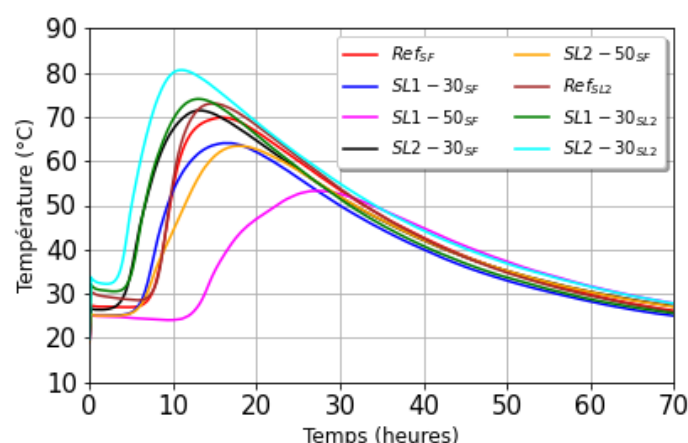


Figure 5.3 : Évolution semi-adiabatique de la température dans les mélanges BUHP.

La **Figure 5.1** montre que les pics de flux de chaleur de Ref_{SF} et Ref_{SL2} sont respectivement de 9,2 et 10,8 mW/g de liant. Les temps pour atteindre ces pics sont respectivement de 561 et 557 min. Ce résultat met en évidence la légère différence entre les effets de la FS et de SL2 sur l'accélération de l'hydratation des BUHP conçus. Abdulkareem *et al.* [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)] ont testé un BUHP de composition similaire (UHPC1), incorporant 18,75 % de FS et 1,8 % de SP, à l'aide d'un test de calorimétrie semi-adiabatique. Les auteurs ont mesuré une intensité du pic de flux de chaleur de 6,43 mW/g de liant, et le temps pour atteindre ce pic était de 502 min. Cette différence peut être attribuée à la teneur réduite en ciment (977 kg/m³) et à la teneur plus faible en SP (1,8 %) par rapport au mélange de référence Ref_{SF} dans cette étude. Les résultats obtenus montrent que le mélange à base de SL2 dégage plus de chaleur que celui à base de FS. Comme le montre le **Tableau 5.1**, la chaleur de réaction maximale de Ref_{SF} est de 187,8 J/g de liant, alors qu'elle est d'environ 206,5 J/g de liant pour Ref_{SL2} . Ce phénomène est directement lié au fait que les réactions pouzzolaniques dégagent moins de chaleur que les réactions hydrauliques [Schindler et Folliard, 2005]. En outre, la réaction pouzzolanique est un processus lent, comparé à la réaction hydraulique. Contrairement à la plupart des ajouts minéraux, le LHF possède à la fois des propriétés hydrauliques et pouzzolaniques [Ahmed *et al.*, 2021]. En raison de son comportement hydraulique, le SL2 réagit rapidement avec l'eau et génère du C-S-H qui, à son tour, peut être responsable d'un dégagement de chaleur plus important que la FS. Pour cette dernière, la formation de Portlandite est nécessaire pour initier la réaction pouzzolanique. Les températures maximales sont de 69,8 °C et 73 °C pour Ref_{SF} et Ref_{SL2} , respectivement. Cela confirme la chaleur de réaction élevée de Ref_{SL2} par rapport à la formule Ref_{SF} . Il convient de rappeler qu'une chaleur d'hydratation plus élevée ne signifie pas nécessairement un degré d'hydratation plus élevé [Pane et Hansen, 2005].

En présence de particules de FS, le remplacement partiel du ciment par 30 % de SL1 entraîne une réduction de la chaleur émise et de l'intensité du pic de flux de chaleur. Une diminution de la température est également enregistrée pour SL1-30_{SF}. La température maximale est de 64,1 °C. En revanche, pour le mélange SL2-30_{SF}, la température maximale est de 71,4 °C, qui est proche de celle de Ref_{SF} . Comparé à la formule Ref_{SF} , il apparaît qu'une substitution volumique de 30 % du ciment par SL2 produit pratiquement la même chaleur d'hydratation. L'incorporation du laitier ordinaire a réduit la chaleur totale dégagée ainsi que l'intensité du pic de la courbe du flux de chaleur. Ce phénomène est principalement attribué à l'effet de dilution du laitier, qui est directement lié à la faible teneur en ciment, et au fait que la réaction du laitier dégage moins de chaleur que l'hydratation du ciment Portland. Ces résultats sont en accord avec des études précédentes [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a) ; Yalçınkaya et Çopuroğlu, 2021]. On constate que l'augmentation de la finesse du laitier augmente à la fois l'intensité du pic de flux de chaleur et la chaleur de réaction. Comme le montre la **Figure 5.1**, l'intensité du pic de

flux de chaleur de SL2-30_{SF} est de 8 mW/g de liant contre 6,9 mW/g de liant pour SL1-30_{SF}. Le remplacement du ciment par une faible teneur en laitier (30 %) accélère les réactions d'hydratation. Lorsque 30 % du ciment sont remplacés par du SL1, le pic du flux de chaleur apparaît 100 minutes avant celui de Ref_{SF}. Pour le mélange SL2-30_{SF}, le pic apparaît 220 minutes avant celui de Ref_{SF}. Cet effet accélérateur des particules de laitier peut s'expliquer à la fois par la teneur réduite en SP dans les BUHP fabriqués avec un faible taux de LHF et par l'effet physique des particules de laitier. L'incorporation de LHF plus fin entraîne une réduction de la teneur en SP (0,8 % pour SL2-30_{SF} contre 1,4 % pour SL1-30_{SF}), ce qui se traduit par une accélération du processus d'hydratation. Grâce à leur finesse, les surfaces supplémentaires offertes par les particules fines servent de sites de nucléation pour les produits d'hydratation [Cyr *et al.*, 2005]. Il peut être clairement établi que l'augmentation de la finesse du laitier favorise la réaction du ciment par nucléation hétérogène. Ceci peut être associé à l'augmentation du nombre de sites de nucléation de SL2 par rapport à SL1. Ces résultats sont cohérents avec ceux de Chen *et al.* [Chen *et al.*, 2022] qui ont trouvé que des particules plus fines (avec une surface spécifique plus élevée) peuvent fournir plus de sites de nucléation pour les produits d'hydratation, améliorant ainsi le degré d'hydratation du ciment.

Le remplacement du ciment par 50 % de SL1 entraîne une diminution de la chaleur totale dégagée et de l'intensité du pic de flux de chaleur. La température maximale est de 53,3 °C ; soit la valeur la plus basse. Dans ce cas, l'effet de dilution est dominant. Le pic de flux de chaleur est atteint 299 min après celui de Ref_{SF} et 399 min après celui de SL1-30_{SF}. Ce comportement retardateur peut être attribué à l'effet du SP, qui participe largement à la décélération de l'hydratation. Li *et al.* [Li *et al.*, 2017] ont prouvé qu'un dosage plus élevé de SP retarde toujours l'hydratation. Cette substance chimique inhibe la dissolution des particules de ciment anhydres, ce qui ralentit le processus d'hydratation et réduit à la fois la chaleur totale dégagée et le pic de flux de chaleur. Ce phénomène résulte de la fixation des ions Ca²⁺ par le SP et de l'adsorption du polymère sur les surfaces des grains anhydres [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)]. Il est bien connu que les superplastifiants réduisent la quantité d'eau nécessaire pour maintenir l'ouvrabilité du béton. Moins d'eau signifie moins de ciment hydraté, ce qui peut conduire à une réduction de la chaleur totale dégagée et du pic de flux de chaleur. Pour un remplacement de 50 % du SL2, il est clairement observé que le mélange SL2-50_{SF} présente un profil de dégagement de chaleur presque identique à celui du mélange SL1-30_{SF} avec une réduction de l'intensité du pic de flux de chaleur (4,5 mW/g de liant pour SL2-50_{SF} contre 6,9 mW/g de liant pour SL1-30_{SF}). Cette observation confirme l'effet bénéfique d'une finesse élevée du laitier sur l'accélération du mécanisme d'hydratation. Cet effet est clairement mis en évidence par la réduction du dosage de SP (1,2 % pour SL2-50_{SF} vs. 2,4 % pour SL1-50_{SF}). Il est évident que la réactivité hydraulique et pouzzolanique du SL2 est supérieure à celle du SL1. L'effet des sites de nucléation semble être directement lié à la finesse du laitier utilisé [Mounanga *et al.*, 2011]. Ainsi, la présence de particules fines de laitier conduit à une accélération significative de l'hydratation au jeune âge. Il est intéressant de noter que la substitution du ciment par du SL2, même à des proportions élevées, ne diminue pas de manière significative la chaleur d'hydratation au jeune âge.

Lorsque la FS est complètement remplacée par le SL2, on constate que la substitution partielle du ciment par 30 % de SL1 entraîne une diminution de la chaleur totale dégagée et de l'intensité du pic de flux de chaleur de 1,4 % et 19,4 %, respectivement, par rapport au béton de référence Ref_{SL2}. Pour le mélange contenant 30 % de SL2, l'intensité du pic de flux de chaleur a été réduite de 8,3 % par rapport à la formule de référence à base de SL2 (Ref_{SL2}). La quantité de chaleur libérée a augmenté de 4,6 %. La chaleur totale dégagée par le mélange SL2-30_{SL2} est associée à une température élevée de 80,6 °C ; soit 7,6 °C de plus que le béton de référence. Un effet d'accélération est toujours visible pour les mélanges incorporant 30 % de laitier. Une autre explication de cet effet d'accélération, autre que la teneur réduite en SP, est que l'absence de particules de FS favorise l'hydratation du laitier. Il y aura plus de Portlandite disponible pour les réactions du laitier. Il est évident que plus la quantité de Portlandite est élevée, plus

la réaction hydraulique/pozzolanique du LHF est améliorée, ce qui fournit conjointement plus de chaleur émise [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)].

Les résultats obtenus mettent en évidence la grande différence entre un essai semi-adiabatique et un essai isotherme. Pour ce dernier, le flux de chaleur est faible par rapport au premier. Par exemple, à une température d'hydratation de 20 °C, pour le mélange SL2-30_{SL2}, la chaleur maximale de réaction et l'intensité du pic de flux de chaleur sont respectivement de 185,5 J/g de liant et de 2,8 mW/g de liant, et le temps nécessaire pour atteindre le pic d'hydratation est de 506 min. Dans des conditions semi-adiabatiques, la température maximale au cœur de l'échantillon SL2-30_{SL2} est de 80,6 °C. Cette augmentation de température entraîne une augmentation de la chaleur d'hydratation et une accélération des réactions. Dans ce cas, le temps nécessaire pour atteindre le pic d'hydratation est de 280 min ; soit 226 min avant celui de l'essai isotherme. Un autre point à signaler est que pour SL1-50_{SF} et SL2-50_{SF}, deux pics sont visibles sur les courbes de la calorimétrie semi-adiabatique. Le premier est lié à la réaction du ciment et le second à l'hydratation des phases du laitier. Le second pic est moins haut et apparaît comme un épaulement.

5.3. Résultats de l'analyse thermogravimétrique (ATG)

Pour mieux comprendre le mécanisme d'hydratation (à court et long termes) des BUHP contenant différents teneurs en LHF, une analyse thermogravimétrique des mélanges BUHP hydratés est réalisée dans cette section. Les courbes thermogravimétriques et leurs dérivées premières associées (TG-DTG) des échantillons de BUHP durcis pendant 3 et 90 jours sont représentées sur les **Figures 5.4** et **5.5**, respectivement. Comme on peut clairement l'observer, les échantillons de BUHP présentent trois plages de perte de masse au cours du chauffage. Le premier pic détecté en dessous de 200 °C est principalement attribué à la déshydratation de plusieurs hydrates tels que les C-S-H et l'ettringite [Sun *et al.*, 2019]. Le deuxième pic, montrant le taux de décomposition de l'hydroxyde de calcium, apparaît dans la plage 410-520 °C. Un important pic existe entre 530 et 800 °C. Ce pic est induit par la décomposition de la calcite (CaCO₃) [Wu *et al.*, 2016 ; Sun *et al.*, 2019]. Le **Tableau 5.2** indique les pertes de masse dues à la libération de l'eau liée. Les teneurs en CH calculées sont données dans le **Tableau 5.3**.

La perte de masse entre 105 et 550 °C est attribuée à l'évaporation de l'eau liée des hydrates. Les valeurs énumérées dans le **Tableau 5.2** sont inférieures à celles mesurées dans la plage de température de 80 à 550 °C. Selon certaines études, la décomposition des C-S-H peut se produire en dessous de 105 °C [Ahmed *et al.*, 2021]. Cela indique que les mesures effectuées entre 105 et 550 °C sous-estiment les teneurs en eau liée. Le **Tableau 5.2** révèle une augmentation de l'eau liée dans le temps pour tous les mélanges testés. Il convient de noter que la différence entre les mesures effectuées, par exemple, à l'âge de 3 jours, dans les deux plages de température utilisées varie de 11,8 % (pour SL1-30_{SL2}) à 24,5 % (pour Ref_{SL2}). Comme attendu, la teneur en eau liée chimiquement dans les mélanges de BUHP augmente avec le temps de durcissement. Cette observation évidente est directement liée à la progression de l'hydratation de la matrice cimentaire. Il est important de noter ici que quelques points ne suivent pas cette tendance à l'augmentation de la teneur en eau liée, tout en restant dans la plage d'erreur de mesure. La faible teneur en eau liée mesurée pour tous les mélanges, même à un âge avancé, est attribuée au fait qu'il y a une quantité considérable de ciment anhydre dans le mélange, en raison du rapport eau/liant extrêmement faible et de la teneur élevée en ciment. Cette explication est soutenue par l'étude de Loukili *et al.* [Loukili *et al.*, 1999] qui ont rapporté qu'après 28 jours d'hydratation, le degré d'hydratation du ciment n'était que de 57,5 %, ce qui signifie qu'il y a encore près de 377 kg/m³ de ciment non hydraté dans le composite.

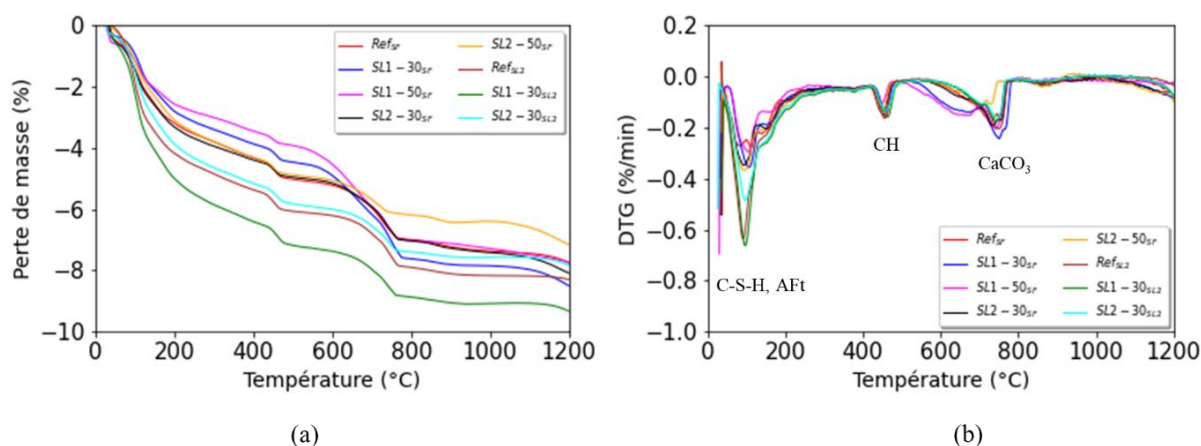


Figure 5.4 : (a) Résultats TG et (b) DTG des BUHP à l'âge de 3 jours.

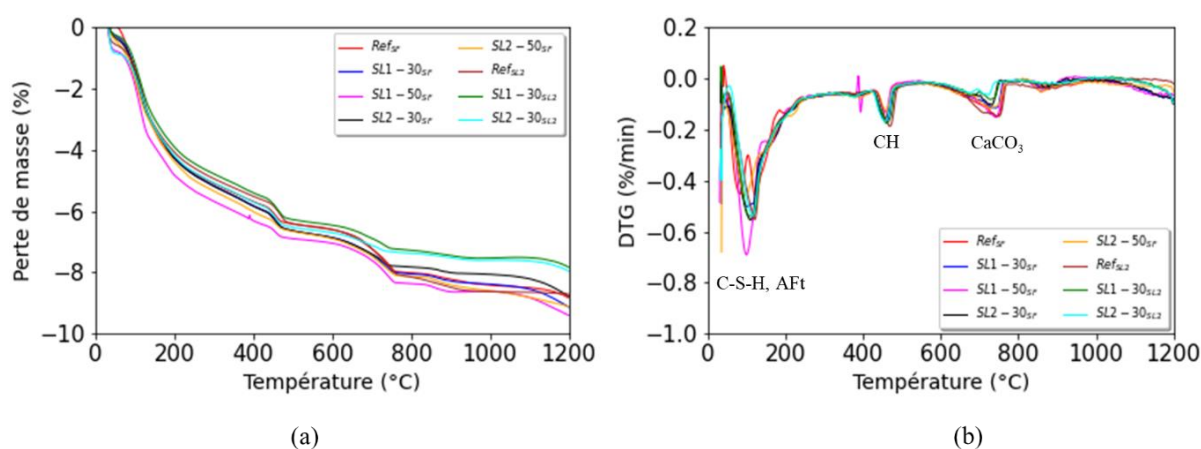


Figure 5.5 : (a) Résultats TG et (b) DTG des BUHP à l'âge de 90 jours.

Tableau 5.2 : Eau liée chimiquement (%) ($\pm 0,2$).

Mélanges		Age de cure (jours)				
		1	3	7	28	90
Ref _{SF}	[80-550 °C]	3,3	4,2	4,4	5,2	5,4
	[105-550 °C]	2,9	3,6	3,6	4,2	4,9
SL1-30 _{SF}	[80-550 °C]	2,9	4,0	4,4	4,8	5,2
	[105-550 °C]	2,5	3,5	3,6	4,2	4,8
SL1-50 _{SF}	[80-550 °C]	2,6	3,3	3,6	4,5	4,8
	[105-550 °C]	2,3	2,9	3,1	3,7	4,4
SL2-30 _{SF}	[80-550 °C]	3,6	4,1	4,9	6,1	6,0
	[105-550 °C]	3,0	3,4	4,3	5,2	5,1
SL2-50 _{SF}	[80-550 °C]	2,8	4,3	4,6	5,7	5,8
	[105-550 °C]	2,4	3,7	3,9	4,6	4,9
Ref _{SL2}	[80-550 °C]	5,2	5,3	5,4	5,3	5,4
	[105-550 °C]	3,8	4,0	4,5	4,6	4,8
SL1-30 _{SL2}	[80-550 °C]	4,9	5,1	5,3	5,5	5,7
	[105-550 °C]	4,4	4,5	4,4	4,4	5,0
SL2-30 _{SL2}	[80-550 °C]	4,9	5,1	5,3	5,8	5,6
	[105-550 °C]	4,0	4,2	4,5	5,1	4,9

En se focalisant sur les valeurs de la quantité d'eau liée mesurée entre 80 et 550 °C, on constate que Ref_{SL2} présente des mesures plus élevées que Ref_{SF} jusqu'à l'âge de 7 jours. À partir de cet âge, les deux formules de référence présentent un comportement similaire. Ces résultats sont en accord avec les résultats de la calorimétrie semi-adiabatique. Il a été démontré que la substitution complète de FS par

SL2 conduit à un dégagement de chaleur plus important au cours des 7 premiers jours d'hydratation. En ce qui concerne la quantité de Portlandite, le **Tableau 5.3** montre que le mélange Ref_{SL2} a la valeur la plus élevée à tous les âges d'essai par rapport à la formule Ref_{SF}. La teneur limitée en Portlandite dans Ref_{SF} est principalement attribuée à l'activité pouzzolanique élevée de la FS, par rapport au SL2, qui entraîne une consommation élevée de Portlandite pour générer de nouveaux C-S-H, augmentant ainsi la résistance mécanique [Abdulkareem *et al.*, 2021].

Tableau 5.3 : Quantités de Portlandite mesurées par ATG (%) [410-520 °C] (± 0.1).

Mélanges	Age de cure (jours)				
	1	3	7	28	90
Ref _{SF}	1,8	2,9	3,1	3,2	3,0
SL1-30 _{SF}	1,8	2,4	3,0	3,2	2,9
SL1-50 _{SF}	2,4	2,0	2,8	2,8	2,5
SL2-30 _{SF}	2,3	2,3	3,2	3,3	3,3
SL2-50 _{SF}	1,5	2,2	2,2	2,4	2,6
Ref _{SL2}	2,5	2,8	3,2	3,8	3,6
SL1-30 _{SL2}	2,9	3,3	3,2	3,3	3,6
SL2-30 _{SL2}	2,3	2,7	3,1	3,4	3,3

Le remplacement du ciment par du SL1 (à 30 et 50 %) entraîne une réduction de la perte de masse, due à la libération de l'eau liée. Au jeune âge (1 jour), la quantité d'eau liée (mesurée entre 80 et 550 °C) pour le mélange SL1-30_{SF} est réduite d'environ 12 % par rapport au béton de référence Ref_{SF}, alors que SL1-30_{SF} présente une valeur assez proche de celle de Ref_{SF} à un âge plus avancé (90 jours). La perte de masse de SL1-50_{SF} est inférieure à celle de Ref_{SF} et de SL1-30_{SF} à tous les âges. Cela implique la possibilité de la présence de quantités plus importantes de C-S-H et d'AfT dans Ref_{SF} que dans SL1-30_{SF} et SL1-50_{SF}, et la présence de quantités moins importantes de C-S-H et d'AfT dans SL1-50_{SF}. Les résultats obtenus sont cohérents avec ceux d'Abdulkareem *et al.* [Abdulkareem *et al.*, 2018 (b)], qui ont mesuré une diminution de 6,1 % et 21,2 % de l'eau chimiquement liée des BUHP à 3 jours, lorsque 30 % et 50 % du ciment sont remplacés par des LHF, respectivement. On peut noter que plus la teneur en SL1 est élevée, plus l'eau chimiquement liée mesurée est faible. Les données montrent également que la teneur en Portlandite dans Ref_{SF}, SL1-30_{SF} et SL1-50_{SF} augmente avec l'âge d'hydratation jusqu'à 28 jours. Ensuite, elle est réduite de 6,3, 9,4 et 10,8 % pour les mélanges Ref_{SF}, SL1-30_{SF} et SL1-50_{SF}, respectivement, entre 28 et 90 jours. Il est à noter que les quantités de Portlandite mesurées pour SL1-30_{SF} sont très proches de celles de Ref_{SF}. Les résultats obtenus sont en accord avec ceux d'Ahmed *et al.* [Ahmed *et al.*, 2021], qui ont observé un pic correspondant à la décomposition du CH plus prononcé pour S0 (béton sans laitier) que pour S15 (mélange contenant 15 % de laitier) et S60 (mélange contenant 60 % de laitier). Les teneurs en CH calculées à 28 jours dans les échantillons S0, S15 et S60 sont respectivement de 2,38, 1,96 et 1,54 %. La présence de particules de laitier dans les matériaux à base de ciment entraîne généralement une réduction de la quantité de Portlandite générée par les réactions d'hydratation. Ce phénomène est lié à l'effet de dilution et à la consommation de Portlandite par la réaction pouzzolanique [Ashraf *et al.*, 2009]. Lorsque la Portlandite est produite pendant l'hydratation du ciment, une partie de ce composé est consommée par la réaction pouzzolanique de la fumée de silice et du laitier, et cette consommation augmente avec la teneur en laitier, ce qui entraîne un retard dans l'hydratation du béton et crée un gel C-S-H supplémentaire [Khalifa *et al.*, 2013]. La teneur élevée en SP dans SL1-50_{SF}, qui est largement impliquée dans la décélération du processus d'hydratation, peut également expliquer la quantité limitée de Portlandite. La présence plus importante de produits de réaction dans Ref_{SF} a probablement contribué à l'obtention d'une résistance à la compression plus élevée que celle des autres mélanges à base de SL1. D'autre part, la résistance plus faible du béton à base d'un taux élevé de SL1 peut être attribuée à sa plus faible teneur en produits de réaction [Ahmed *et al.*, 2021]. La quantité d'eau liée est un indice de la progression de l'hydratation et, par conséquent, du

développement de la résistance. Une faible teneur en eau liée dans les mélanges à base de SL1 peut donc s'expliquer par l'effet latent des particules de laitier ordinaire sur la réaction d'hydratation.

L'incorporation de 30 % de SL2 (SL2-30_{SF}) a augmenté la quantité d'eau chimiquement liée, et l'effet était plus perceptible à partir de 7 jours d'hydratation. Par exemple, la quantité d'eau chimiquement liée est passée de 4,4 % pour Ref_{SF} à 4,9 % pour SL2-30_{SF}. Cela indique que l'ajout de laitier superfin accélère le taux d'hydratation et génère des produits d'hydratation plus solides, même au jeune âge. Il est intéressant de noter que l'hydratation accélérée offre des avantages potentiels en termes de gain de temps, d'augmentation de la résistance au jeune âge et d'amélioration de la résistance aux environnements agressifs. Cependant, elle peut également présenter des inconvénients en termes de risque de fissuration, d'impact sur la résistance et la durabilité à long terme. En effet, l'hydratation accélérée peut réduire le temps nécessaire à l'hydratation complète, entraînant une réduction de la cohésion des particules de ciment et compromettant la formation optimale de certaines phases minérales dans la matrice. Cela pourrait affecter la résistance et la durabilité à long terme des BUHP. Comme le montrent les résultats de résistance à la compression, la substitution du ciment par SL2 entraîne une légère amélioration de la résistance après 3 jours d'hydratation. Ce comportement peut s'expliquer par la réduction du dosage de SP et l'effet des sites de nucléation favorisé par la présence de particules fines avec une réactivité relativement élevée, agissant comme des sites de nucléation supplémentaires pour les hydrates. Le **Tableau 5.3** révèle que la quantité de Portlandite dans le mélange SL2-30_{SF} se stabilise à environ 3,3 % après 7 jours. Cette valeur est très proche de celle de la formule de référence. Pour cette dernière, la teneur en CH a été réduite de 3,2 à 3 % entre 28 et 90 jours. Cette diminution est principalement attribuée à la réaction pouzzolanique de la FS. Dans le cas de l'incorporation de 30 % de SL2, l'effet pouzzolanique de la FS et du SL2 peut être contrebalancé par l'effet hydraulique des particules fines de laitier, qui peuvent également générer de la Portlandite. Ceci illustre clairement les réactions concurrentes : l'hydratation du ciment et du laitier produisant du Ca(OH)₂ d'une part et la réaction pouzzolanique du laitier et de FS consommant de l'hydroxyde de calcium d'autre part. Une autre raison qui peut expliquer ce phénomène est que dans Ref_{SF}, il y a une quantité significative de ciment non hydraté. Ainsi, à un faible taux de remplacement du laitier, Ref_{SF} et la matrice à base de laitier peuvent présenter des comportements comparables. Pour 50 % de SL2, une augmentation de l'eau liée est observée au fil du temps. Les résultats montrent que les teneurs en eau liée de SL2-50_{SF} dépassent celles de Ref_{SF} à partir de 3 jours, mais restent légèrement inférieures à celles de SL2-30_{SF}. Cela indique que même à un niveau de substitution élevé, SL2 accélère le processus d'hydratation en raison du faible dosage de SP et de la finesse élevée. Avec la progression de l'hydratation, une légère augmentation de la quantité de Portlandite a été enregistrée pour le mélange SL2-50_{SF} pour atteindre la valeur de 2,6 % à 90 jours. Cette valeur représente 86,7 % de celle de Ref_{SF} et 78,8 % de celle de SL2-30_{SF}. Cette réduction est probablement due à la consommation de Portlandite par la réaction pouzzolanique du SL2.

Lorsque la FS est complètement remplacée par le SL2, SL1-30_{SL2} et SL2-30_{SL2} présentent un comportement similaire en termes de teneur en eau liée. Les valeurs mesurées sont très proches, voire identiques, à certains âges d'essai. En fait, on s'attendait à ce que SL2-30_{SL2} présente des valeurs plus élevées que SL1-30_{SL2}, ce qui est clairement visible dans les résistances à la compression. Les légères différences peuvent s'expliquer par la précision des mesures. Les mélanges SL1-30_{SL2} et SL2-30_{SL2} se caractérisent par une hydratation accélérée. Par conséquent, ces deux mélanges ont les teneurs les plus élevées d'eau liée. Une teneur en eau liée plus élevée implique la présence d'une plus grande quantité de C-S-H, ce qui se traduit par une amélioration des propriétés mécaniques. Cet effet est lié aux effets physiques et chimiques du LHF plus fin. En ce qui concerne les quantités de Portlandite, le **Tableau 5.3** montre que les valeurs mesurées pour SL2-30_{SL2} sont inférieures à celles de SL1-30_{SL2}. Ceci prouve l'effet bénéfique d'une plus grande finesse sur l'activité pouzzolanique d'une addition très fine. À 90 jours, la quantité de Portlandite dans SL1-30_{SL2} est de 3,6 %, ce qui est égal à celle de Ref_{SL2}. Pour SL2-

30_{SL2}, ce composé a été réduit de 8,3 %. Il convient de noter qu'en examinant l'évolution de la teneur en Portlandite entre 28 et 90 jours, la valeur a diminué de 0,3 % pour SL1-30_{SF}, est restée constante pour le SL2-30_{SF}, a augmenté de 0,3 % pour SL1-30_{SL2}, et a diminué de 0,1 % pour SL2-30_{SL2}. Cela confirme qu'à long terme, l'effet de la FS est assez similaire à celui du SL2.

5.4. Propriétés mécaniques des BUHP

Afin d'évaluer le comportement mécanique des BUHP durcis dans des conditions endogènes (échantillons protégés du séchage), des essais de compression et de traction par fendage ont été réalisés. Dans cette section, les résultats obtenus sur les différentes formulations étudiées seront présentés et discutés.

5.4.1. Résistance à la compression

Les différents mélanges non fibrés de BUHP ont été soumis à des essais de compression à 1, 3, 7, 28 et 90 jours dans des conditions endogènes (sans cure dans l'eau). L'évolution de la résistance à la compression des mélanges étudiés est illustrée sur la **Figure 5.6**. Le **Tableau 5.4** liste les valeurs de résistance à la compression obtenues pour les différentes échéances de mesure. Chaque résultat est la moyenne d'au moins trois essais.

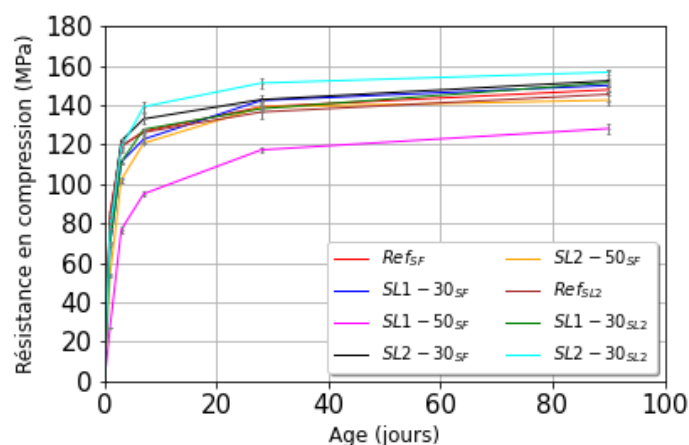


Figure 5.6 : Évolution de la résistance à la compression des BUHP.

Tableau 5.4 : Résumé des résultats de résistance à la compression pour tous les échantillons de BUHP.

Mélanges	Age du test (jours)				
	1	3	7	28	90
Ref _{SF}	85,1±0,8	119,0±2,0	126,7±1,0	139,1±1,2	147,8±1,2
SL1-30 _{SF}	69,7±1,3	111,2±1,1	122,7±1,4	142,4±1,0	150,0±2,9
SL1-50 _{SF}	27,3±0,3	76,8±1,8	95,0±1,2	117,3±1,4	128,1±2,3
SL2-30 _{SF}	80,1±0,7	121,8±1,4	133,0±2,6	142,8±2,1	152,3±5,8
SL2-50 _{SF}	53,7±0,7	102,2±1,1	120,7±0,2	139,0±2,8	142,5±2,6
Ref _{SL2}	83,4±1,2	119,4±1,7	126,2±1,6	136,5±3,3	145,2±3,8
SL1-30 _{SL2}	70,1±1,0	111,2±1,2	127,7±0,6	138,2±0,5	151,4±2,4
SL2-30 _{SL2}	77,4±0,1	118,6±2,4	139,2±2,8	151,2±2,4	156,7±1,5

Comme on peut le constater, les résistances à la compression varient de 117 à 152 MPa pour tous les mélanges de BUHP testés à 28 jours. À l'exception du béton contenant 50 % de laitier ordinaire (SL1-50_{SF}), une résistance à la compression supérieure à 130 MPa a été atteinte par une cure standard de 28 jours pour tous les mélanges étudiés. Ces résultats sont en accord avec la norme [NF P18-470, 2016] qui définit une résistance minimale de 130 MPa pour la production de béton fibré à ultra-hautes

performances de type Z (BFUP). Il convient de noter que la principale raison pour laquelle la résistance à la compression à 28 jours est inférieure à 150 MPa est l'absence de fibres d'acier qui contribuent de manière substantielle à la résistance mécanique [Alkaysi et El-Tawil, 2016].

Indépendamment de l'âge, les deux bétons de référence (Ref_{SF} et Ref_{SL2}) présentent des valeurs de résistance à la compression très proches. Par exemple, les résistances moyennes à la compression à un jour de Ref_{SF} et Ref_{SL2} sont respectivement de 85,1 et 83,4 MPa. On peut en conclure que la substitution totale de la FS par du laitier superfin n'a pas d'effet considérable sur le comportement à la compression des mélanges. Cela implique que le SL2 peut être utilisé avec succès pour atteindre les mêmes performances qu'avec la FS. Cette dernière présente certains inconvénients tels que son coût élevé et les faibles volumes produits. En France, la production annuelle de FS est estimée à 50 000 tonnes. Le marché du silicium étant très fluctuant, il est difficile d'évaluer la disponibilité à plus long terme [CERIB, 2022]. En raison de leur finesse élevée, la FS et le SL2 montrent une haute réactivité pouzzolanique. En raison de la disponibilité d'une plus grande quantité de Portlandite à 90 jours (3 % pour Ref_{SF} et 3,6 % pour Ref_{SL2}), la réaction pouzzolanique des ajouts minéraux a été accélérée, en cohérence avec une étude précédente [Ghafari et al., 2016]. Par conséquent, une amélioration des résistances à la compression a été enregistrée pour Ref_{SF} et Ref_{SL2} . Les valeurs de résistance à 90 jours sont respectivement de 147,8 et 145,2 MPa. Il est évident que le ciment anhydre participe à l'amélioration de la compacité du squelette granulaire du matériau à base de ciment et améliore ainsi la résistance mécanique. En fait, l'amélioration de la microstructure des mélanges de BUHP n'est pas seulement attribuée à la production de produits d'hydratation solides, mais aussi aux quantités significatives de particules de clinker qui n'ont pas réagi. En outre, les particules de ciment anhydres peuvent continuer à s'hydrater au fil du temps (si les conditions sont favorables), ce qui permet d'améliorer les performances mécaniques et la durabilité du béton. Cela peut être bénéfique dans les situations où un gain de résistance à long terme est nécessaire et où la structure sera soumise à des charges importantes.

Le remplacement partiel du ciment par 30 % de SL1 entraîne une forte réduction de la résistance à la compression au jeune âge, mais une légère augmentation de la résistance à long terme. Par rapport au mélange Ref_{SF} , la résistance à la compression est réduite de 18,1, 6,6 et 3,2 % à 1, 3 et 7 jours, respectivement. Ceci est en accord avec l'évolution de la température induite par la chaleur d'hydratation. En effet, la température mesurée au cœur de l'échantillon diminue avec l'augmentation du taux de substitution du laitier ordinaire, comme le montre la **Figure 5.3**. Les mêmes tendances sont observées lorsque la FS est remplacée par SL2 pour le mélange SL1-30 $_{SL2}$. Ce béton présente une résistance à la compression légèrement supérieure à celle des deux mélanges de référence après 7 jours d'hydratation. Ceci confirme clairement que la FS et le SL2 ont un effet similaire sur le comportement mécanique des BUHP. Après 7 jours, les réactions pouzzolaniques du SL1 peuvent être initiées et générer du gel C-S-H supplémentaire. Par conséquent, des résistances à la compression élevées de 142,4 et 150 MPa à 28 et 90 jours, respectivement, ont été obtenues pour SL1-30 $_{SF}$. Pour SL1-30 $_{SL2}$, les valeurs de résistance à la compression sont de 138,2 et 151,4 MPa à 28 et 90 jours, respectivement. L'incorporation d'un volume élevé de SL1 (50 %) entraîne une réduction substantielle de la résistance à la compression à tous les âges d'essai. Par rapport au mélange témoin (Ref_{SF}), la résistance à la compression a chuté d'environ 68 % après 24 heures de durcissement. La résistance à la compression à un âge avancé (90 jours) a diminué de 13,3 %. Ces résultats sont cohérents avec ceux de Yalçinkaya et Çopuroğlu [Yalçinkaya et Çopuroğlu, 2021], qui ont révélé qu'une incorporation de 60 % de LHF induisait une forte diminution (-50 %) de la résistance à la compression, tandis qu'un niveau de substitution de 30 % entraînait une perte de résistance de 12 % à la fin du premier jour. Dans le cas d'une teneur élevée en SL1 (50 %), l'effet de dilution domine l'accélération de la réaction d'hydratation [Abdulkareem et al., 2018 (a)]. Il a été démontré que l'augmentation de la teneur en SL1 réduit la chaleur de réaction et retarde le

développement des hydrates. Comme l'indiquent les résultats de l'ATG, la production de Portlandite est limitée et la réaction de SL1 est retardée, ce qui entraîne une baisse des performances mécaniques du BUHP. En outre, le dosage élevé en SP du SL1-50_{SF} (2,4 %) inhibe la réaction du ciment et la formation du gel C-S-H. Ce dernier est responsable du remplissage des pores et de l'amélioration des propriétés mécaniques des BUHP.

Il est bien connu que le laitier s'hydrate plus lentement que le ciment Portland. Plusieurs études ont mesuré une réduction de la résistance initiale des mélanges en présence du laitier [Pyo et Kim, 2017 ; Liu et al., 2018]. Pour remédier au retard du gain de résistance dans les BUHP, du laitier à haute finesse (SL2) a été utilisé. Le **Tableau 5.4** montre qu'une substitution volumique de 30 % du ciment par du SL2 (SL2-30_{SF} et SL2-30_{SL2}) donne presque la même résistance que Ref_{SF} à 3 jours et améliore la résistance à 7 jours pour atteindre 139,2 MPa pour le mélange SL2-30_{SL2}. L'essai semi-adiabatique a montré que SL2 accélère le processus d'hydratation en raison de la faible teneur en SP dans SL2-30_{SF} et SL2-30_{SL2}. Cela prouve que les réactions hydrauliques et pouzzolaniques du SL2 se sont produites avant celles du SL1 en raison de la réactivité relativement élevée des particules de SL2. Il est évident que le développement de la résistance dépend largement de la compacité du béton. L'augmentation de la résistance à la compression des bétons SL2-30_{SF} et SL2-30_{SL2} s'explique par une meilleure compacité, ce qui signifie que les vides entre les particules de ciment sont remplis par des particules de laitier plus fines [Gupta, 2016]. Par conséquent, la distribution de la taille des particules est un facteur important qui influence le comportement mécanique des BUHP. En outre, comme mentionné ci-dessus, il y a certainement une quantité significative de ciment anhydre qui peut contribuer à l'augmentation de la résistance mécanique. Un autre mécanisme physique responsable de l'amélioration de la résistance à la compression est l'effet de nucléation hétérogène [Abdulkareem et al., 2018 (a)]. Le laitier superfine (SL2) agit comme des sites de nucléation et de croissance pour les hydrates formés, accélérant ainsi les réactions d'hydratation et améliorant les propriétés mécaniques. Ce phénomène favorise la génération de Portlandite, le principal produit nécessaire à l'activation du LHF. La réaction pouzzolanique des particules plus fines de laitier crée de nouveaux C-S-H qui conduisent à une structure de pores plus raffinée et condensée [Abdulkareem et al., 2018 (a)]. Cela explique la résistance à la compression plus élevée des mélanges de BUHP à faible teneur en SL2. Les résultats obtenus sont en accord avec ceux de la chaleur d'hydratation. Comme indiqué, SL2-30_{SL2} a la chaleur la plus élevée et sa température maximale était de 80,6 °C. Cette température élevée peut favoriser les réactions d'hydratation [Yalçinkaya et Yazici, 2017]. Par rapport au mélange Ref_{SF}, on constate qu'une substitution volumique de 50 % du ciment par SL2 (SL2-50_{SF}) réduit la résistance à la compression de 36,9, 14,1 et 4,7 % à 1, 3 et 7 jours, respectivement. Ceci peut être attribué à la faible teneur en ciment qui entraîne moins de formation d'hydroxyde de calcium nécessaire aux réactions pouzzolaniques des particules de laitier. En outre, une partie de la Portlandite a été consommée par la réaction rapide de la fumée de silice. À 28 jours, l'introduction de 50% de SL2 donne la même résistance que Ref_{SF}. Cet effet d'amélioration est dû aux effets physiques et chimiques des particules de laitier superfine.

5.4.2. Résistance à la traction par fendage

Afin de déterminer la résistance en traction des BUHP, nous avons effectué une série d'essais de traction par fendage. Les résultats à 28 jours des différents mélanges de BUHP sont représentés sur la **Figure 5.7**. Comme l'indique la **Figure 5.7**, les résistances à la traction par fendage de tous les mélanges de BUHP conçus sont supérieures à 7 MPa, malgré l'absence de fibres. Ces résultats sont cohérents avec ceux d'Abdulkareem et al. [Abdulkareem et al., 2018 (b)], qui ont testé des mélanges de BUHP avec différents taux de remplacement des LHF (0, 30, 50 et 80 %). Ils ont mesuré une résistance à la traction par fendage à 28 jours supérieure à 8 MPa pour tous les bétons fabriqués. Il est clair que les deux mélanges de référence (Ref_{SF} et Ref_{SL2}) présentent la même valeur de résistance à la traction par fendage

de 7,3 MPa. Cela prouve que le comportement du laitier superfin (SL2) est très similaire à celui de la FS. Grâce à leur finesse, les particules de FS et de laitier remplissent les vides entre les grains de ciment et ceux entre les grains de sable de quartz, ce qui améliore l'adhérence entre les composants du squelette de la matrice [Yazıcı *et al.*, 2009] et densifie la zone de transition interfaciale entre la pâte de ciment et les granulats. En conséquence, une résistance supérieure à 6 MPa, la valeur minimale communément requise pour les BFUP selon la spécification de la norme [NF P18-470, 2016], est enregistrée pour tous les bétons testés. Ce résultat est très prometteur, car la résistance à la traction est un paramètre clé dans la conception des mélanges de BFUP. Il convient de noter que la présence d'une proportion élevée de ciment anhydre joue également un rôle important dans l'amélioration de la résistance des BUHP.

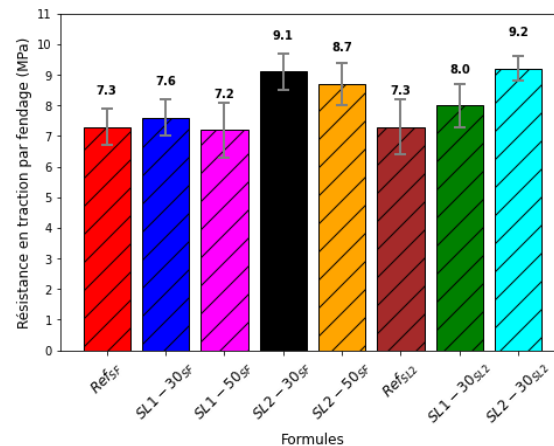


Figure 5.7 : Résistance en traction par fendage des BUHP à 28 jours.

Comme observé, à l'exception de 50% de SL1 qui ne montre aucune amélioration par rapport à la formule de référence (Ref_{SF}), la substitution du ciment par du laitier (SL1 ou SL2) conduit à une augmentation des résistances à la traction par fendage. Une résistance maximale à la traction par fendage d'environ 9,1 MPa a été atteinte pour les mélanges SL2-30_{SF} et SL2-30_{SL2} et une résistance minimale de 7,2 MPa a été obtenue pour SL1-50_{SF} à 28 jours de cure. Cela peut s'expliquer par la réactivité relativement faible du laitier ordinaire. En fait, la réaction partielle (en surface) des particules de laitier est responsable du renforcement de l'interface agrégat/pâte hydratée et, par conséquent, de l'amélioration de la résistance à la traction par fendage. Le comportement de la résistance à la traction par fendage des mélanges BUHP est en accord avec celui de la résistance à la compression, bien que le premier semble être légèrement moins sensible au taux de remplacement du LHF, en particulier pour SL2. En effet, la résistance à la compression est principalement liée à la compacité, tandis que le comportement à la traction est régi par la zone de transition interfaciale (ITZ) entre la matrice et les agrégats. Le remplissage parfait de l'ITZ par les hydrates issus des réactions hydrauliques et pouzzolaniques est le principal facteur influençant la résistance du béton. Il est important de noter que, malgré les légères différences entre les valeurs, tous les mélanges présentent des réponses très similaires en termes de résistance à la traction par fendage.

L'effet bénéfique du laitier est clairement visible pour les mélanges contenant 30 % de SL2 (SL2-30_{SF} et SL2-30_{SL2}). Les résistances à la traction par fendage à 28 jours des mélanges SL2-30_{SF} et SL2-30_{SL2} sont respectivement 19,7 % et 15 % plus élevées que celles des mélanges SL1-30_{SF} et SL1-30_{SL2}. Une amélioration de 20,8 % de la résistance à la traction par fendage a également été enregistrée pour le mélange incorporant un taux de remplacement élevé de SL2 (SL2-50_{SF}) par rapport au béton SL1-50_{SF}. Ces résultats peuvent être expliqués par l'effet physique du laitier superfin, en améliorant la compacité des BUHP et en favorisant l'hydratation du ciment, comme l'ont démontré les mesures semi-adiabatiques. La présence de particules fines de laitier améliore l'ITZ entre la matrice et les granulats

[Gao et al., 2005]. Les particules de SL2, comme les particules de FS, agissent comme des sites de nucléation hétérogène, accélérant ainsi l'hydratation du ciment et la formation d'hydrates, nécessaires au développement de la résistance. En raison de sa forte réactivité hydraulique et pouzzolanique, le SL2 s'est avéré efficace pour améliorer les propriétés mécaniques des BUHP.

5.5. Empreinte carbone

Compte tenu de l'importance accordée au développement durable, il est nécessaire d'évaluer correctement l'impact environnemental des BUHP, en particulier lors du développement de nouveaux types de béton respectueux de l'environnement. Dans cette étude, le remplacement partiel du ciment Portland par du LHF (jusqu'à 50 %) est considéré comme avantageux et est devenu une pratique courante. D'un point de vue environnemental, il est évident qu'une teneur élevée en coproduits dans les BUHP est une solution viable. En effet, le processus de production impliquera moins d'émissions de gaz à effet de serre que pour le ciment Portland ordinaire (CPO), qui est généralement composé de plus de 95 % de clinker. En effet, l'utilisation d'une teneur élevée en LHF dans le BUHP offre de nombreux avantages environnementaux en réduisant les émissions de CO₂, en valorisant les coproduits industriels, en réduisant la consommation d'énergie et en améliorant la durabilité des structures. Cela en fait une option attrayante pour la construction durable et la réduction de l'empreinte carbone de l'industrie du béton. Grâce à l'amélioration des propriétés de durabilité du béton, les structures construites à l'aide de BFUP contenant du LHF devraient avoir une durée de vie plus longue. Cela réduirait la nécessité d'un entretien fréquent de ces structures, ce qui préserve l'énergie et les matériaux à long terme. Dans ce cadre, nous nous sommes intéressés à l'empreinte CO₂ des BUPH développés. L'empreinte globale est considérée comme la somme des émissions de dioxyde de carbone de chaque composant du béton (CPO, SL1, SL2, FS, QC, SQ et SP) par unité de volume, conformément aux données d'études précédentes [Müller et al., 2014 ; Elkhaldi et al., 2022]. Les émissions de CO₂ du BUHP générées par le transport et la production ne sont pas prises en compte dans cette étude. Les facteurs d'émission pour chaque constituant sont indiqués dans le **Tableau 5.5**. Les valeurs indiquées sont associées à la fabrication d'une tonne de chaque composant individuel. Il convient de mentionner que les facteurs d'émission pour les différents composants ne sont pas universels, mais plutôt basés sur le processus de production utilisé. Ces valeurs peuvent varier. Par exemple, SL1 est produit en France, le calcul est donc effectué en utilisant l'allocation économique, qui se réfère au coût du produit, pour déterminer la valeur d'émission. SL2 est fourni par Ecocem en Irlande, où l'allocation économique n'est pas prise en compte et où le laitier est considéré comme un déchet. Dans cette étude, sur la base de la méthode d'allocation économique, le facteur d'émission pour SL1 est d'environ 100 kg/tonne (83 kg/tonne pour l'allocation économique et environ 17 kg/tonne pour le broyage et le transport du matériau vers l'usine). Pour SL2, le calcul est effectué en supposant que ce produit est d'origine locale (France), et le facteur d'émission est donc de 143 kg/tonne (83 kg/tonne pour l'allocation économique, similaire à SL1, et environ 60 kg/tonne pour le broyage plus fin et le transport du matériau vers l'usine). La FS, initialement considérée comme un déchet de l'industrie du silicium, est devenue un produit coûteux devant une demande croissante et une disponibilité limitée. La production de ce matériau s'effectue dans un four à arc électrique, dont la puissance peut atteindre environ 30 MW [CERIB, 2022]. Contrairement au laitier, une énergie assez importante est nécessaire pour produire des faibles quantités de fumée de silice. Par conséquent, l'empreinte carbone de cet ajout a une valeur plus élevée que celle du laitier. Cette idée confirme l'intérêt d'utiliser le laitier comme alternative. Il convient toutefois de rappeler que les facteurs d'émission de CO₂ peuvent varier en fonction du processus de fabrication (quantité, énergie, etc.).

Ces données ont été utilisées pour calculer les émissions de carbone d'un mètre cube de chaque mélange de BUHP développé. La **Figure 5.8** présente les émissions totales en équivalent CO₂ (kg/m³) de chaque échantillon de BUHP. Les pourcentages de réduction des émissions de CO₂ pour chaque mélange par

rapport au béton de référence (Ref_{SF}) sont également indiqués sur la **Figure 5.8**. Il apparaît clairement que les principales émissions de CO₂ du béton proviennent de la production de ciment. Comme prévu, le remplacement du ciment par du laitier réduit efficacement l'empreinte carbone des BUHP. L'incorporation de 30 % de laitier dans le BUHP entraîne une réduction des émissions de CO₂ de 25,9 % pour SL1-30_{SF} et de 25,3 % pour SL2-30_{SF} par rapport au mélange Ref_{SF}. Avec une teneur élevée en LHF (50 %), la réduction des émissions de CO₂ atteint environ 41 % pour SL1-50_{SF} et SL2-50_{SF}, par rapport à la formule Ref_{SF}. Il est important de noter que l'augmentation de la finesse n'a pas tendance à augmenter les émissions de CO₂, même si le broyage supplémentaire du laitier nécessite plus d'énergie et donc plus d'émissions de CO₂. Cet effet s'explique par la réduction de la teneur en SP, un produit à fortes émissions, qui compense l'effet du broyage. L'utilisation du laitier superfin pour remplacer complètement la FS peut également réduire l'impact environnemental. Comme le montre la **Figure 5.8**, une réduction de 17,8 kg/m³ est enregistrée pour le mélange Ref_{SL2} par rapport au béton Ref_{SF}. Les mêmes tendances sont observées pour les mélanges SL1-30_{SL2} et SL2-30_{SL2}.

Tableau 5.5 : Émissions en CO₂eq des matières premières utilisées dans cette étude.

Matériau	Facteur d'émission (kg CO ₂ /ton)	Référence
CPO	881	[ATILH, 2017]
SL1	100 (allocation économique)	Données du fabricant (2023)
SL2	143 (allocation économique)	Données du fabricant (2023)
FS	354	[CERIB, 2022]
QC	23.4	[Müller <i>et al.</i> , 2014]
SQ	10.2	[Müller <i>et al.</i> , 2014]
SP	767	[Miller, 2018]

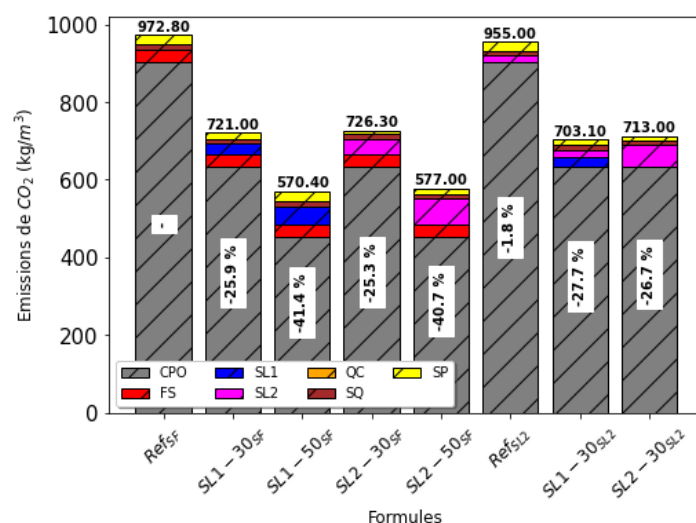


Figure 5.8 : Émissions en CO₂eq des BUHP optimisés.

Ces dernières années, certains chercheurs ont déployé de nombreux efforts pour évaluer l'impact environnemental des matériaux cimentaires. À cet égard, divers indices ont été proposés, tels que l'indice éco-mécanique (IEM). Ce paramètre est défini comme l'indice écologique (tel que les émissions de CO₂, la consommation d'énergie et les ressources naturelles primaires incluses) pour fournir une unité de performance [Chiaia *et al.*, 2014]. Cet indice global peut bien caractériser la relation entre la performance et l'impact environnemental, et guider la conception de la composition des matériaux à base de ciment [Shi *et al.*, 2021]. Le ciment joue le rôle le plus important dans l'impact environnemental des BUHP en considérant à la fois les émissions de CO₂ et le dosage des matériaux dans la conception conventionnelle des BUHP. Il convient de rappeler que cette étude vise principalement à optimiser la composition du système de liant afin de réduire la teneur en ciment et l'impact environnemental des

BUHP sans impacter les propriétés mécaniques. Dans ce travail, l'indice de CO₂ (CI) est choisi comme indice d'évaluation de l'impact environnemental. Cet indice est donné par l'équation suivante.

$$CI = \frac{\text{émission_CO}_2 \text{ (kg/m}^3\text{)}}{\sigma \text{ (MPa)}}$$

Où σ est la résistance à la compression à 28 jours. Les indices de CO₂ de tous les BUHP étudiés sont illustrés dans le **Tableau 5.6**.

La méthode d'évaluation utilisée dans cette recherche concerne à la fois l'impact environnemental et la résistance à la compression des BUHP. Les mélanges optimaux de BUHP présentent l'indice de CO₂ (CI) le plus bas (c'est-à-dire la résistance à la compression la plus élevée et les émissions de CO₂ les plus faibles). Comme l'indique le **Tableau 5.6**, l'indice de CO₂ calculé est compris entre 4 et 7 kg/m³/MPa pour tous les bétons. Les indices les plus faibles (4-5 kg/m³/MPa) sont observés pour les mélanges à base de laitier. Ceci confirme que l'utilisation du LHF dans le béton présente un impact environnemental réduit. Les résultats obtenus sont en accord avec ceux de Shi *et al.* [Shi *et al.*, 2021] qui ont étudié les effets de la composition du système de liant (CPO, cendres volantes (CV), FS, LHF, nano-oxyde d'aluminium (NA) et nano-silice (NS)) sur la résistance à la compression et l'impact environnemental des BFUP sous différents régimes de cure. Leurs résultats ont montré qu'un BFUP écologique avec un très faible indice de dioxyde de carbone (environ 3,4 kg/m³/MPa) et une résistance à la compression de 150 à 200 MPa a été préparé avec succès. La valeur CI du mélange de référence (OPC = 843,4 kg/m³, FS = 25%, fibre d'acier = 120 kg/m³, E/L = 0,17) est d'environ 5,92 kg/m³/MPa. Pour ce béton, les émissions totales de CO₂ sont de 926 kg/m³ dans le cas d'une cure standard.

Tableau 5.6 : La résistance à la compression, les émissions de CO₂ et l'indice carbone des BUHP.

Mélanges	Résistance à la compression à 28 jours (MPa)	Émissions_CO ₂ (kg/m ³)	CI (kg/m ³ /MPa)
Ref _{SF}	139,1	972,8	6,99
SL1-30 _{SF}	142,4	721,0	5,06
SL1-50 _{SF}	117,3	570,4	4,86
SL2-30 _{SF}	142,8	726,3	5,09
SL2-50 _{SF}	139,0	577,0	4,15
Ref _{SL2}	136,5	955,0	7,00
SL1-30 _{SL2}	138,2	703,1	5,09
SL2-30 _{SL2}	151,2	713,0	4,72

Du point de vue des propriétés mécaniques, il est à rappeler que les bétons développés dans cette étude sont de type Z (résistance à la compression à 28 jours supérieure à 130 MPa). Par conséquent, le mélange incorporant 50 % de laitier ordinaire est exclu. La **Figure 5.9** présente la quantité totale de CO₂ en fonction de la résistance à la compression à 28 jours de tous les bétons étudiés. Comme on peut clairement l'observer, SL2-30_{SL2} présente la meilleure résistance à la compression (151,2 MPa) mais pas les émissions de CO₂ les plus faibles. En considérant une résistance à la compression d'environ 140 MPa, il est possible de réduire davantage la teneur en ciment dans SL2-30_{SL2} et donc de réduire l'empreinte carbone du mélange en augmentant la quantité de SL2 et en incorporant de la FS (cas de SL2-50_{SF}), tout en maintenant les exigences sur la résistance. Le remplacement partiel du clinker par des ajouts minéraux très fins a permis de réduire l'indice de CO₂, ce qui suggère que l'amélioration de la compacité est décisive [Haque et Kayali, 1998 ; Damineli *et al.*, 2010]. On peut en conclure qu'il est possible de formuler des bétons qui présentent simultanément de faibles émissions de CO₂ et une excellente résistance à la compression. Ceci est directement lié à l'effet bénéfique des fines (FS et SL2) sur la compacité.

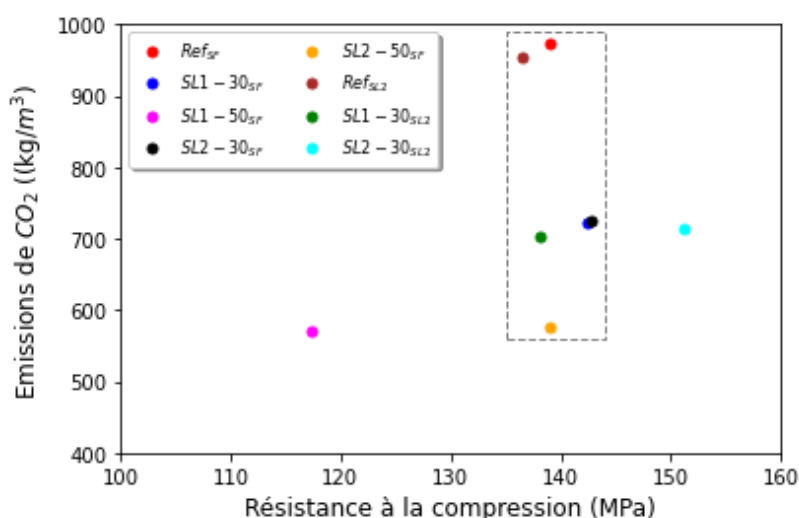


Figure 5.9 : Émissions totales en CO₂eq en fonction de la résistance à la compression à 28 jours des BUHP.

5.6. Analyse des coûts

Les BUHP sont caractérisés par des performances mécaniques et de durabilité exceptionnelles. Ces propriétés uniques ont suscité un intérêt croissant pour l'utilisation de ce matériau dans des applications à grande échelle. Le monde ayant tendance à adopter une construction plus écologique, une quantité de ciment peut être remplacée par un autre matériau à faible impact environnemental (tel que le LHF dans notre travail). Cependant, l'effet de la substitution partielle du ciment par du laitier sur le coût demeure encore peu clair. Par conséquent, pour compléter notre analyse, cette section du rapport est consacrée à l'estimation du coût par m³ des mélanges de BUHP développés. Dans cette étude, on ne considère que le coût du matériau ; le coût de l'énergie nécessaire à la production (malaxage) et le coût du transport ne sont pas pris en compte. Le calcul est basé sur la somme des coûts de chaque composant du béton, selon les données des fabricants/fournisseurs (le coût de l'eau n'est pas pris en compte dans ces calculs). Le **Tableau 5.7** récapitule les coûts moyens des matières premières pour le BUHP à l'heure actuelle. Il est important de noter que l'estimation des coûts des matériaux n'a pas été une tâche facile. Nous pouvons souligner que ces coûts sont bien variables et dépendent de plusieurs facteurs tels que la quantité demandée, la livraison (lieu et mois), l'utilisateur (particulier ou industriel), etc. Afin de pouvoir fixer les prix des matériaux utilisés, à l'exception du laitier dont les coûts sont communiqués par le producteur (Ecocem), la collecte des données est basée sur les prix fournis par certaines entreprises utilisant ces produits en quantités massives pour la production des BUHP. En effet, certains producteurs de matériaux, notamment les cimentiers, ne vendent pas leurs produits directement aux consommateurs finaux mais bien à des distributeurs.

Tableau 5.7 : Coûts des principaux constituants du BUHP (hors transport).

Matériau	Coût (€/tonne)	Référence
CPO	180-220	[Entreprise de construction]
SL1	100	[Producteur] (Ecocem)
SL2	450	[Producteur] (Ecocem)
FS	600-800	[Entreprise de construction]
QC	200	[Entreprise de construction]
SQ	50	[Entreprise de construction]
SP	3000	[Entreprise de construction]

Ces données ont été utilisées pour estimer le coût de production d'un mètre cube de béton pour chaque mélange de BUHP étudié. La **Figure 5.10** présente le coût relatif (€/m³) de chaque ingrédient de

l'échantillon en tant que fraction du coût total du mélange conçu. Les pourcentages de variation du coût de production pour chaque mélange par rapport au béton de référence (Ref_{SF}) sont également indiqués sur la **Figure 5.10**. Il est important de noter que les coûts des matières premières sont très variables. Par conséquent, l'approche proposée dans ce travail n'est qu'estimative.

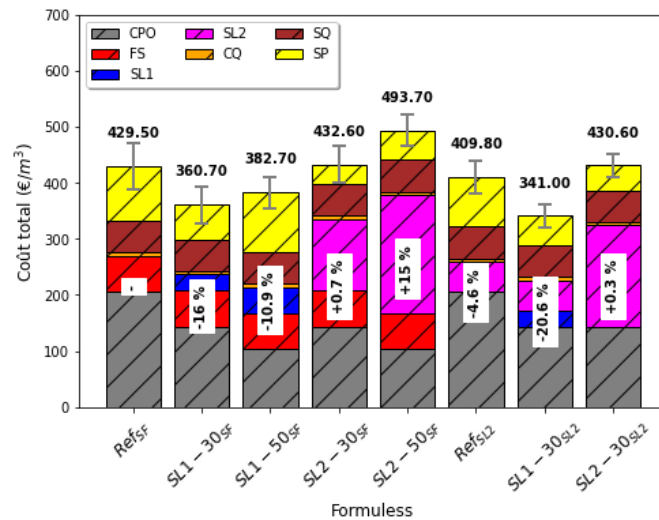


Figure 5.10 : Coût par m³ des BUHP étudiés.

Comme l'indique la **Figure 5.10**, le coût des matériaux par m³ de BUHP est actuellement beaucoup plus élevé que celui du béton ordinaire à base de ciment Portland, qui peut être estimé à environ 60 €/m³. La forte proportion de ciment, de sable de quartz fin, de FS et de SP dans le BUHP résulte en un coût de matériau jusqu'à 8 fois plus élevé que celui du béton ordinaire. Plus la qualité de ces matières premières est élevée, plus les constituants du BUHP seront chers. Par rapport aux études précédentes menées sur des formulations de mélanges de BUHP non brevetés, le coût des mélanges de BUHP dans cette étude est comparable ou légèrement inférieur. Par exemple, Mounanga *et al.* [Mounanga *et al.*, 2012] ont estimé le coût des mélanges de BUHP non renforcés de fibres entre 660 et 764 €/m³. Pour leurs bétons étudiés, les teneurs en ciment, FS et SP varient entre 962 et 976 kg/m³, 183 et 242 kg/m³ et 13 et 56 L/m³, respectivement. Il convient de mentionner que le coût des matériaux par m³ de BUHP est aujourd'hui nettement plus élevé qu'auparavant, en raison de l'augmentation significative des prix des principaux composants du BUHP. Les mélanges de l'étude de Mounanga *et al.* [Mounanga *et al.*, 2012] contiennent une grande quantité de FS blanche (25%), ce qui est la principale raison de l'augmentation des coûts. Il est à rappeler que le coût du BUHP dépend largement de la qualité et du traitement appliqué au matériau. Par exemple, selon Mounanga *et al.* [Mounanga *et al.*, 2012], le coût peut varier de 500 €/tonne pour la FS grise à 2000 €/tonne pour la FS blanche.

Les résultats montrent que pour les mélanges à base de FS, l'incorporation de SL1 (30 et 50 %) entraîne une réduction du coût total du BUHP (de 16 % et 10,9 %, respectivement) par rapport au mélange Ref_{SF} . En revanche, l'utilisation du SL2 pour remplacer le ciment à 30 et 50 % entraîne une augmentation du coût total de 0,7 % et 15 %, respectivement, par rapport au béton de référence à base de FS. Lorsque la FS est complètement remplacée par le SL2, le coût du béton Ref_{SL2} est réduit de 4,6 % par rapport au béton Ref_{SF} . En raison de l'absence de particules de FS, des teneurs réduites en ciment, SL2 et SP, le mélange SL1-30_{SL2} présente le coût le plus bas. Pour SL2-30_{SL2}, le coût élevé du SL2, qui est environ le double de celui du ciment, entraîne un coût total presque identique à celui de la formule Ref_{SF} , même à faible teneur en SP (1 % pour SL2-30_{SL2} contre 2,2 % pour Ref_{SF}). On peut en déduire que l'incorporation de SL1 et SL2 en tant que substituts du ciment peut entraîner des variations du coût total des mélanges de BUHP. Cela peut s'expliquer par certains facteurs tels que le coût de chaque composant (le coût du

ciment est inférieur à celui du SL2 mais supérieur à celui du SL1), la teneur en SP (un produit coûteux qui peut avoir un impact significatif sur le coût total) et les proportions des différents composants (dosages de LHF et FS).

Afin d'analyser de manière exhaustive les aspects environnementaux (bilan carbone) et économiques des BUHP étudiés, les émissions de CO₂ et le coût par m³, la résistance à la compression à 28 jours, l'indice de CO₂ (CI) et le coût normalisé par la résistance à la compression à 28 jours des mélanges de BUHP sélectionnés sont résumés dans le **Tableau 5.8**.

Tableau 5.8 : Détails de l'analyse environnementale et économique.

Mélanges	Émissions_CO ₂ (kg/m ³)	Coût (€/m ³)	Résistance à la compression à 28 jours (MPa)	CI (kg/m ³ /MPa)	Coût (€/m ³ /MPa)
Ref _{SF}	972,80	429,50	139,10	6,99	3,09
SL1-30 _{SF}	721,00	360,70	142,40	5,06	2,53
SL1-50 _{SF}	570,40	382,70	117,30	4,86	3,26
SL2-30 _{SF}	726,30	432,60	142,80	5,09	3,03
SL2-50 _{SF}	577,00	493,70	139,00	4,15	3,55
Ref _{SL2}	955,00	409,80	136,50	7,00	3,00
SL1-30 _{SL2}	703,10	341,00	138,20	5,09	2,47
SL2-30 _{SL2}	713,00	430,60	151,20	4,72	2,85

Cette analyse suggère que l'incorporation de SL1 et SL2, pour remplacer partiellement le ciment, est efficace pour produire des BUHP à faible impact environnemental. D'un point de vue environnemental, le mélange SL2-50_{SF} s'avère être la conception la plus optimale (SL1-50_{SF} est exclu en raison de sa faible résistance à la compression). D'autre part, du point de vue du coût normalisé par la résistance à la compression, le mélange SL1-30_{SL2} semble plus intéressant. Il est remarquable que, malgré la faible différence de résistance entre les bétons étudiés, les empreintes CO₂ et les coûts varient beaucoup. Le coût élevé de certains mélanges, en particulier ceux à base de SL2, peut être efficacement amorti en améliorant la résistance à la compression, ce qui contribue largement à la réduction du volume de matériau, des coûts de transport, de main d'œuvre et de coffrage [AlHamaydeh *et al.*, 2022]. En outre, grâce à l'excellente durabilité des BUHP, la durée de vie des structures est augmentée et les coûts de maintenance peuvent être considérablement atténués.

En synthèse, il est important de souligner que l'un des principaux défis de l'utilisation du BUHP est son coût et ses émissions de CO₂ élevés. Sur la base d'un volume unitaire, cette génération relativement nouvelle de matériaux cimentaires est considérée comme non écologique et coûteuse par rapport au béton conventionnel. Pour mieux comprendre les aspects économiques et environnementaux de ce composite prometteur, il est nécessaire de changer l'unité fonctionnelle d'une unité de volume ou de masse de béton (1 m³ ou kg), qui est pratique pour évaluer l'impact environnemental global et le coût de production de tout matériau de construction, à une unité de performance, qui dans de nombreuses situations est la résistance à la compression. Il convient de noter que la spécification de l'unité de volume ou de masse comme unité fonctionnelle du béton n'est pas appropriée dans la plupart des cas pratiques, étant donné que l'utilisation du volume ou de la masse n'est pas la fonction principale du béton dans la plupart des applications. Par conséquent, l'utilisation d'un indicateur de performance comme unité fonctionnelle permet d'éviter la confusion entre l'échelle des matériaux, où les impacts et les coûts sont exprimés en kg ou en m³, et l'échelle de la structure, où le volume réel et le coût relatif pour réaliser la fonction sont impliqués. Cette approche permet de comparer l'efficacité des bétons avec différentes performances, ce qui contribue à l'optimisation de la conception du système de liant [Damineli *et al.*, 2010].

Ces dernières années, les chercheurs ont eu des opinions différentes sur la classification du BUHP en termes de coût de production et d'empreinte carbone. De nombreux auteurs affirment que le BUHP est marqué par son coût élevé et ses fortes émissions de CO₂. Néanmoins, les avantages environnementaux et économiques de l'utilisation des BUHP résident dans la possibilité de produire des structures plus minces et plus élancées, d'augmenter l'espace utilisable dans les immeubles de grande hauteur et de réduire les coûts globaux. Par conséquent, les coûts et les émissions de CO₂ plus élevés par m³ de BUHP avec une résistance à la compression plus importante sont compensés par la réduction significative du volume de matériau, l'élimination de l'armature en acier et la réduction des coûts de coffrage. La réduction significative du volume de matériaux et le transport de ces pièces plus légères peuvent être efficaces en termes de coûts et d'empreinte carbone. Avec des structures en BUHP plus légères, il est également possible de réduire la masse totale de la structure et donc les dimensions de ses fondations. De plus, grâce à l'excellente durabilité des BUHP, la durée de vie des structures est améliorée avec des exigences de maintenance minimales [Wang *et al.*, 2015]. Il est donc évident qu'une vision globale est nécessaire, depuis la phase de conception et de construction jusqu'à la phase service de la structure, afin d'établir un bilan économique et environnemental aussi objectif et précis que possible, qui ne se limite pas uniquement au prix et aux émissions des matériaux.

5.7. Conclusion

Ce chapitre a porté sur l'étude des propriétés mécaniques des différents BUHP étudiés en mettant l'accent sur l'effet de la finesse et du dosage du laitier. Afin de comprendre le comportement à court et long termes des BUHP, un suivi de l'hydratation par calorimétrie semi-adiabatique et une analyse thermogravimétrique ont été effectués sur les différentes formulations conçues. La dernière partie du chapitre est consacrée à une évaluation de l'empreinte carbone et à une estimation du coût des BUHP. L'analyse des résultats expérimentaux permet de tirer les conclusions suivantes :

- La substitution de 30 % du ciment par du laitier (SL1 ou SL2) accélère le processus d'hydratation, en raison de la teneur réduite en SP et de l'effet de nucléation hétérogène qui augmente la quantité d'hydrates formés. Il en résulte une amélioration des propriétés mécaniques. Lorsque la FS est complètement remplacée par le laitier superfin, une résistance à la compression et une résistance à la traction par fendage de 151 et 9 MPa, respectivement, sont obtenues à 28 jours pour un remplacement de 30 % du ciment par le laitier superfin.
- Pour une teneur élevée en laitier classique (50 % de SL1), l'effet de dilution prévaut. Le laitier ordinaire retarde l'hydratation en raison de sa faible réactivité et de la teneur élevée en SP nécessaire pour obtenir la même ouvrabilité que le mélange de référence. Ainsi, une baisse de la résistance à la compression a été observée à tous les âges. Pour la résistance à la traction par fendage, le mélange contenant 50 % de SL1 a atteint la même valeur que le béton de référence (7,2 MPa). Pour le remplacement du ciment par 50 % de SL2, un effet d'accélération a été observé. En raison de l'effet physique (remplissage des pores et amélioration de la compacité) et des réactions hydrauliques et pouzzolaniques des particules fines, une résistance à la compression et une résistance à la traction par fendage de 139 et 8,7 MPa, respectivement, ont été obtenues à 28 jours.
- La faible teneur en eau liée dans tous les mélanges peut se traduire par la présence d'une quantité importante de ciment anhydre, qui participe avec le squelette granulaire du béton à l'amélioration des propriétés mécaniques des BUHP.
- D'un point de vue environnemental, le BUHP à base de 50 % de SL2 s'est avéré avoir l'indice de dioxyde de carbone le plus faible (environ 4,15 kg/m³/MPa). Cependant, ce mélange a augmenté le coût total de 15 % par rapport au mélange de référence à base de FS. Le mélange contenant 30 % de SL1 et

SL2 au lieu de la FS présente le coût de matériau le plus bas (341 €/m³) et un impact environnemental plus faible que le béton de référence (-20,6 %) avec une résistance à la compression améliorée d'environ 138 MPa à 28 jours.

Dans ce travail, des taux élevés de remplacement du ciment par du laitier, jusqu'à 50 %, ont été incorporés pour réduire la teneur en ciment dans les BUHP. L'augmentation de la finesse du laitier accélère le processus d'hydratation, ce qui améliore le développement de la résistance. Le laitier superfin s'est avéré efficace pour remplacer complètement la fumée de silice dans la fabrication des BUHP. Bien que le SL2 réduise l'impact environnemental, il augmente le coût du matériau par m³. Par conséquent, l'utilisation d'un indicateur de performance comme unité fonctionnelle est l'approche la plus pratique pour comparer l'efficacité des bétons ayant des performances différentes. Il est intéressant de ne pas se concentrer uniquement sur l'échelle du matériau mais plutôt de considérer l'échelle de la structure afin d'estimer les aspects environnementaux et économiques de ce béton bas carbone.

Après avoir évalué le comportement mécanique, l'empreinte carbone et le coût des BUHP à base de LHF, nous nous intéresserons dans le chapitre suivant à l'effet de la finesse et du dosage du laitier sur le développement de la microstructure et les propriétés de durabilité des bétons élaborés.

Références

- [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)] O.M. Abdulkareem, A.Ben Fraj, M. Bouasker, A. Khelidj, Mixture design and early age investigations of more sustainable UHPC, *Constr. Build. Mater.* 163 (2018) 235–246.
- [Abdulkareem *et al.*, 2018 (b)] O.M. Abdulkareem, A.Ben Fraj, M. Bouasker, A. Khelidj, Effect of chemical and thermal activation on the microstructural and mechanical properties of more sustainable UHPC, *Constr. Build. Mater.* 169 (2018) 567–577.
- [Abdulkareem *et al.*, 2021] O.M. Abdulkareem, A.Ben Fraj, M. Bouasker, L. Khouchaf, A. Khelidj, Microstructural investigation of slag-blended UHPC: The effects of slag content and chemical/thermal activation, *Constr. Build. Mater.* 292 (2021) 123455.
- [Ahmed *et al.*, 2021] T. Ahmed, M. Elchalakani, A. Karrech, M.S. Mohamed Ali, L. Guo, Development of ECO-UHPC with very-low-C3A cement and ground granulated blast-furnace slag, *Constr. Build. Mater.* 284 (2021) 122787.
- [AlHamaydeh *et al.*, 2022] M. AlHamaydeh, M. Elkafrawy, S. Banu, Seismic Performance and Cost Analysis of UHPC Tall Buildings in UAE with Ductile Coupled Shear Walls, *Materials*, 15 (2022) 2888.
- [Alkaysi *et al.*, 2016] M. Alkaysi, S. El-Tawil, Effects of variations in the mix constituents of ultra high performance concrete (UHPC) on cost and performance, *Mater. Struct.* 49 (10) (2016) 4185–4200.
- [Ashraf *et al.*, 2009] M. Ashraf, A.N. Khan, Q. Ali, J. Mirza, A. Goyal, A.M. Anwar, Physico-chemical, morphological and thermal analysis for the combined pozzolanic activities of minerals additives, *Const. Build. Mater.* 23 (2009) 2207–2213.
- [ATILH, 2017] ATILH, Déclaration Environnementale de Produit in French/Environmental Product Declaration - CEM I, 2017.
- [CERIB, 2022] CERIB, Ressources minérales pour les liants des bétons décarbonés : disponibilité, perspectives d'évolution et innovations, 2022.
- [Chen *et al.*, 2022] B. Chen, L. Pang, Z. Zhou, Q. Chang, P. Fu, Study on the hydration properties of a ternary cementitious material system containing activated gold tailings and granulated blast furnace slag, *Journal of Building Engineering* 63 (2023) 105574.
- [Chiaia *et al.*, 2014] B. Chiaia, A.P. Fantilli, A. Guerini, G. Volpatti, D. Zampini, Eco-mechanical index for structural concrete, *Constr. Build. Mater.* 67 (2014) 386–392.
- [Cyr *et al.*, 2005] M. Cyr, P. Lawrence, E. Ringot, Mineral admixtures in mortars. Quantification of the physical effects of inert materials on short-term hydration, *Cem. Concr. Res.* 35 (2005) 719–730.
- [Damineli *et al.*, 2010] B.L. Damineli, F.M. Kemeid, P.S. Aguiar, V.M. John, Measuring the ecoefficiency of cement use. *Cement Concr. Compos.* 32 (8) (2010) 555–562.
- [Elkhaldi *et al.*, 2022] I. Elkhaldi, E. Roziere, P. Turcry, A. Loukili, Towards global indicator of durability performance and carbon footprint of clinker-slag-limestone cement based concrete exposed to carbonation, *J. Clean. Prod.* 380 (2022) 134876.
- [Gao *et al.*, 2005] J.M. Gao, C.X. Qian, H.F. Liu, B. Wang, L. Li, ITZ microstructure of concrete containing GGBS, *Cem. Concr. Res.* 35 (2005) 1299–1304.
- [Ghafari *et al.*, 2016] E. Ghafari, S.A. Ghahari, H. Costa, E. Júlio, A. Portugal, L. Durães, Effect of supplementary cementitious materials on autogenous shrinkage of ultra-high performance concrete, *Constr. Build. Mater.* 127 (2016) 43–48.
- [Gupta, 2016] S. Gupta, Effect of content and fineness of slag as high volume cement replacement on strength and durability of ultra-high performance mortar, *J. Build. Mater. Struct.* 3 (2016) 43–54.
- [Haque *et al.*, 1998] M.N. Haque, O. Kayali, Properties of high-strength concrete using a fine fly ash, *Cem. Concr. Res.* 28 (10) (1998) 1445–1452.
- [Khalifa *et al.*, 2013] N.E. Khalifa, M. Bouasker, P. Mounanga, N. Benkahla, Physico-chemical study of cementitious materials based on binary and ternary binders, *Chem. Mater. Res.* 4 (2013) 19–24.
- [Li *et al.*, 2017] P.P. Li, Q.L. Yu, H.J.H. Brouwers, Effect of PCE-type superplasticizer on early-age behaviour of ultra-high performance concrete (UHPC), *Constr. Build. Mater.* 153 (2017) 740–750.
- [Liu *et al.*, 2018] Z. Liu, S. El-Tawil, W. Hansen, F. Wang, Effect of slag cement on the properties of ultra-high performance concrete. *Constr. Build. Mater.* 190 (2018) 830–837.
- [Loukili *et al.*, 1999] A. Loukili, A. Khelidj, P. Richard, Hydration kinetics, change of relative humidity, and autogenous shrinkage of ultra-high-strength concrete, *Cem. Concr. Res.* 29 (1999) 577–584.
- [Miller, 2018] S.A. Miller, Supplementary cementitious materials to mitigate greenhouse gas emissions from concrete: can there be too much of a good thing? *J. Clean. Prod.* 178 (2018) 587–598.
- [Mounanga *et al.*, 2011] P. Mounanga, M.I.A. Khokhar, R. El Hachem, A. Loukili, Improvement of the early-age reactivity of fly ash and blast furnace slag cementitious systems using limestone filler, *Mater. Struct.* 44 (2011) 437–453.
- [Mounanga *et al.*, 2012] P. Mounanga, K. Cherkaoui, A. Khelidj, M. Courtial, M.-N. de Noirfontaine, F. Dunstetter, Extrudable reactive powder concretes hydration, shrinkage and transfer properties, *Eur. J. Environ. Civ. Eng.* 16 (2012) 99–114.
- [Müller *et al.*, 2014] H. S. Müller, M. Haist, M. Vogel, Assessment of the sustainability potential of concrete and concrete structures considering their environmental impact, performance and lifetime, *Constr. Build. Mater.* 67 (2014) 321–337.

- [NF P18-470, 2016] NF P18-470 Concrete-Ultra-high performance fiber-reinforced concrete-Specifications, performance, production and conformity, 2016, French standard.
- [Pane et Hansen, 2005] I. Pane, W. Hansen, Investigation of blended cement hydration by isothermal calorimetry and thermal analysis, *Cem. Concr. Res.* 35 (2005) 1155–1164.
- [Pyo et Kim, 2017] S. Pyo, H.-K. Kim, Fresh and hardened properties of ultra-high performance concrete incorporating coal bottom ash and slag powder, *Constr. Build. Mater.* 131 (2017) 459–466.
- [Schindler et Folliard, 2005] A.K. Schindler, K.J. Folliard, Heat of hydration models for cementitious materials. *ACI Mater J* 102(1) (2005) 24–33.
- [Shi et al., 2021] Y. Shi, G. Long, X. Zen, Y. Xie, T. Shang, Design of binder system of eco-efficient UHPC based on physical packing and chemical effect optimization. *Constr. Build. Mater.* 274 (2021) 121382.
- [Sun et al., 2019] J. Sun, X. Shen, G. Tan, J.E. Tanner, Modification Effects of Nano-SiO₂ on Early Compressive Strength and Hydration Characteristics of High-Volume Fly Ash Concrete, *J. Mater. Civ. Eng.* 31 (2019) 04019057.
- [Wang et al., 2015] D. Wang, C. Shi, Z. Wu, J. Xiao, Z. Huang, Z. Fang, A review on ultra high performance concrete: Part II. Hydration, microstructure and properties, *Constr. Build. Mater.* 96 (2015) 368–377.
- [Wu et al., 2016] Z. Wu, C. Shi, K.H. Khayat, Influence of silica fume content on microstructure development and bond to steel fiber in ultra-high strength cement-based materials (UHSC), *Cem. Concr. Compos.* 71 (2016) 97–109.
- [Yalçinkaya et Çopuroğlu, 2021] Ç. Yalçinkaya, O. Çopuroğlu, Hydration heat, strength and microstructure characteristics of UHPC containing blast furnace slag, *Journal of Building Engineering* 34 (2021) 101915.
- [Yalçinkaya et Yazıcı, 2017] Ç. Yalçinkaya, H. Yazıcı, Effects of ambient temperature and relative humidity on early-age shrinkage of UHPC with high-volume mineral admixtures, *Constr. Build. Mater.* 144 (2017) 252–259.
- [Yazıcı et al., 2009] H. Yazıcı, M.Y. Yardımcı, S. Aydın, A.S. Karabulut, Mechanical properties of reactive powder concrete containing mineral admixtures under different curing regimes, *Constr. Build. Mater.* 23 (2009) 1223–1231.

DEUXÈME PARTIE : PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

Chapitre 6 :

**MICROSTRUCTURE ET DURABILITÉ DES
BUHP**

Table des matières

DEUXÈME PARTIE : PROGRAMME EXPÉRIMENTAL	184
<i>Chapitre 6 : Microstructure et durabilité des BUHP</i>	186
6.1. Introduction.....	186
6.2. Caractérisation microstructurale des BUHP	186
6.2.1. Analyse thermogravimétrique (ATG)	186
6.2.2. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)	187
6.2.3. Observations MEB	189
6.2.4. Observations MET	192
6.2.5. Porosimétrie par intrusion de mercure (PIM).....	194
6.3. Propriétés de durabilité des BUHP	198
6.3.1. Porosité accessible à l'eau (PAE).....	198
6.3.2. Carbonatation	200
6.3.3. Diffusion des ions chlore.....	202
6.4. Conclusion	204
Références.....	206

Liste des figures

Figure 6.1 : Résultats d'ATG à 3 et 90 jours : teneur en eau liée (à gauche) et teneur en Portlandite (à droite).	187
Figure 6.2 : Diffractogrammes de rayons X : (a) des mélanges de BUHP à base de FS et (b) des mélanges de BUHP à base de SL2 à 3 jours.	187
Figure 6.3 : Diffractogrammes de rayons X : (a) des mélanges de BUHP à base de FS et (b) des mélanges de BUHP à base de SL2 à 90 jours.	188
Figure 6.4 : Images MEB de SL2-50 _{SF}	189
Figure 6.5 : Images MEB de Ref _{SL2} à 90 jours.....	190
Figure 6.6 : Images MEB de SL1-30 _{SL2} à 90 jours.....	190
Figure 6.7 : Images MET de Ref _{SF} à 90 jours.	192
Figure 6.8 : Images MET de SL2-50 _{SF} à 90 jours.	193
Figure 6.9 : Courbes du volume de mercure cumulé des BUHP étudiés à 3 jours.....	194
Figure 6.10 : Courbes du volume de mercure cumulé des BUHP étudiés à 90 jours.....	194
Figure 6.11 : Distribution des pores des BUHP étudiés à 3 jours.	195
Figure 6.12 : Distribution des pores des BUHP étudiés à 90 jours.	195
Figure 6.13 : Les différentes familles des pores à analyser.....	195
Figure 6.14 : Distribution du volume des pores des mélanges de BUHP à 3j (à gauche) et 90j (à droite).	196
Figure 6.15 : Porosité accessible à l'eau des BUHP mesurée après 90 jours d'hydratation.	198
Figure 6.16 : Échantillon de BUHP (Ref _{SL2}) exposé à 50 % de CO ₂ pendant un an, (a) avant et (b) après la pulvérisation d'une solution de phénolphtaléine.	200
Figure 6.17 : Exemple de courbe ATG-ATD-SM (cas d'une zone carbonatée du mélange SL2-50 _{SF}).....	201
Figure 6.18 : Teneur en CO ₂ des différents mélanges étudiés mesurée par : (a) SM et (b) ATG (perte de masse).	201

Liste des tableaux

Tableau 6.1 : Rapports atomiques pour les trois zones du gel de C-S-H.	193
Tableau 6.2 : Porosité totale des mélanges de BUHP étudiés.....	195
Tableau 6.3 : Coefficients de diffusion apparent des différents BUHP.	203

Chapitre 6 : Microstructure et durabilité des BUHP

Ce chapitre traite de l'effet de la finesse et du dosage du laitier de haut fourneau sur les propriétés microstructurales et de durabilité des BUHP.

6.1. Introduction

Compte tenu de son faible rapport E/L (0,16), de l'amélioration de l'empilement granulaire, de la sélection judicieuse des matières premières et de l'ajout approprié d'adjuvant, les BUHP présentent une fluidité attrayante (étalement au mini-cône ≥ 300 mm) et des propriétés mécaniques élevées (résistance à la compression à 28 jours ≥ 130 MPa et résistance à la traction par fendage ≥ 7 MPa), sous durcissement en conditions endogènes (éprouvettes protégées du séchage). En outre, le BUHP fait preuve d'une durabilité supérieure car sa matrice est presque imperméable au dioxyde de carbone, au chlorure, au sulfate, etc. [Li *et al.*, 2021 (a)].

Les propriétés mécaniques des matériaux à base de ciment dépendent bien évidemment de leur composition chimique, des propriétés des constituants et de leur microstructure. Les propriétés de durabilité des matrices cimentaires sont en partie conditionnées par leur microstructure. En effet, la pénétration des agents agressifs s'effectue principalement par transport via le réseau poreux de la matrice cimentaire. La réduction de la porosité pourrait ainsi améliorer les propriétés de transfert à long terme. Il est donc d'une grande importance d'étudier les propriétés microstructurales des matrices de BFUP afin d'évaluer leurs propriétés de durabilité.

L'objectif de ce dernier chapitre est donc de présenter les résultats de l'étude de la microstructure de certaines formulations de BUHP. L'état de la microstructure a été examiné par analyse DRX afin d'évaluer les différentes phases présentes dans les bétons. Ces mesures sont complétées par les observations microscopiques (MEB et MET) et l'évaluation de la porosité par intrusion de mercure. Cette dernière permet de montrer clairement la distribution des pores des différents mélanges étudiés. Les résultats ainsi obtenus ont été exploités pour étudier les effets de la finesse et du dosage du laitier sur les propriétés de durabilité, à savoir la porosité accessible à l'eau, la carbonatation et la diffusion des ions chlore.

6.2. Caractérisation microstructurale des BUHP

Cette section est consacrée à la présentation et à l'analyse des résultats de la caractérisation de la microstructure des différents BUHP étudiés.

6.2.1. Analyse thermogravimétrique (ATG)

Afin de comprendre l'évolution de la microstructure, il est intéressant de rappeler les résultats des analyses thermogravimétriques détaillés au chapitre 5 (voir *chapitre 5, section 5.3.*). Les teneurs en eau chimiquement liée et en Portlandite à 3 et 90 jours sont présentées sur la **Figure 6.1**.

Comme déjà discuté dans le chapitre précédent, les valeurs de la teneur en eau liée sont faibles pour toutes les formulations étudiées. Ce résultat indique que les BUHP sont caractérisés par un faible taux d'hydratation en raison de la faible quantité d'eau dans la matrice, ce qui implique la présence d'une quantité considérable de ciment anhydre dans les mélanges conçus. Pour les mesures de la teneur en hydroxyde de calcium ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), les résultats montrent que la Portlandite est produite plus rapidement par le C_3S entre 3 et 90 jours que ce qu'elle n'est consommée par le laitier ou la fumée de silice pour tous les mélanges analysés.

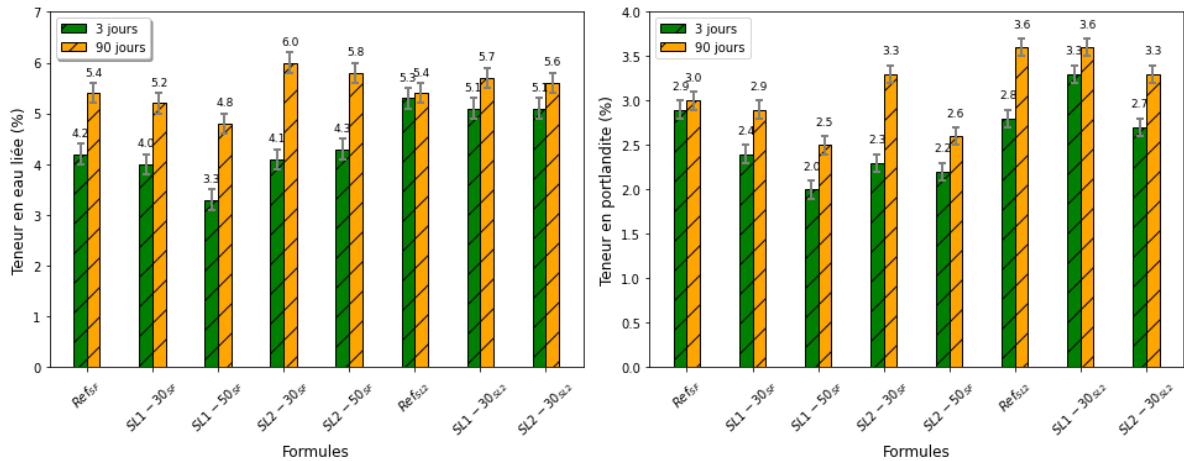


Figure 6.1 : Résultats d'ATG à 3 et 90 jours : teneur en eau liée (à gauche) et teneur en Portlandite (à droite).

6.2.2. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

Afin d'identifier les phases cristallines (anhydres et hydrates) des BUHP en fonction de la finesse et du dosage du laitier, la diffraction des rayons X (DRX) a été réalisée sur des échantillons de BUHP durcis à 3 jours et à 90 jours. Les diffractogrammes des mélanges testés à 3 et 90 jours sont présentés sur les **Figures 6.2 et 6.3**, respectivement.

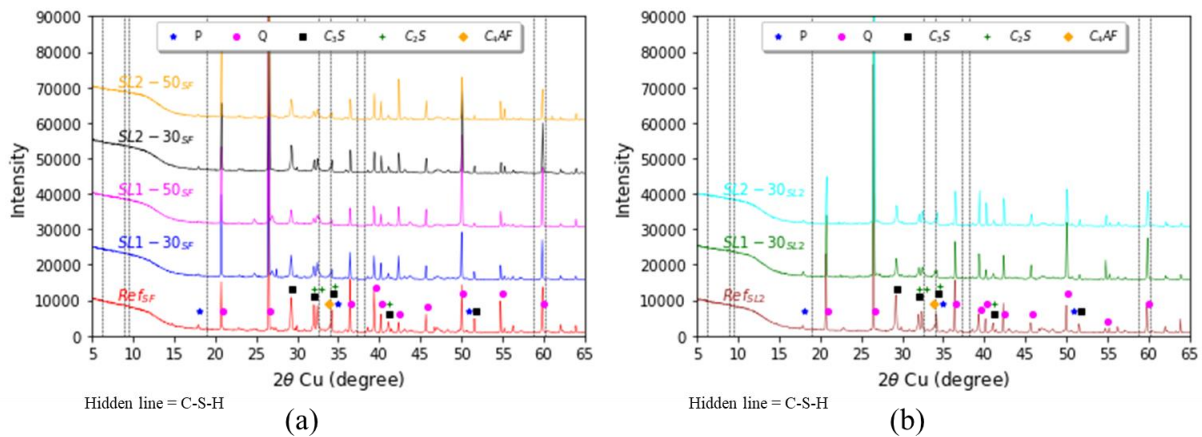


Figure 6.2 : Diffractogrammes de rayons X : (a) des mélanges de BUHP à base de FS et (b) des mélanges de BUHP à base de SL2 à 3 jours.

Les résultats indiquent que pour tous les mélanges analysés à 3 et 90 jours, les intensités des pics de quartz (Q) sont les plus élevées et sont presque similaires. Cette observation s'explique par le fait que tous les bétons ont les mêmes teneurs en quartz broyé et en sable de quartz. Cette grande proportion de quartz ainsi que la diversité des phases cimentaires contenant des composés amorphes ou mal cristallisés (laitier et C-S-H) rendent difficile l'analyse quantitative des résultats.

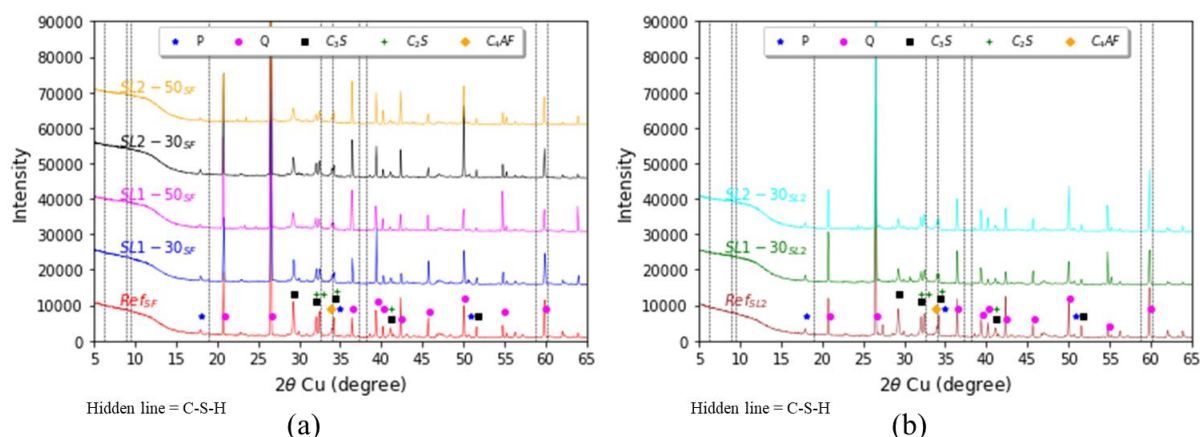


Figure 6.3 : Diffractogrammes de rayons X : (a) des mélanges de BUHP à base de FS et (b) des mélanges de BUHP à base de SL2 à 90 jours.

Après 3 jours d'hydratation, l'analyse DRX révèle l'existence de C_3S , C_2S et C_4AF en raison de la présence de particules de ciment anhydre dans les mélanges de BUHP riches en ciment. Par exemple, les intensités des pics de C_3S à environ $29,3^\circ$ de Ref_{SF} et Ref_{SL2} sont d'environ 10539 et 7513, respectivement. Ces pics sont réduits quand le ciment est partiellement substitué par du LHF. Pour $SL1-50_{SF}$, l'intensité du pic de C_3S est de 5200. Cela peut très probablement être attribué à la teneur réduite en ciment Portland des mélanges contenant du LHF, et donc à la réduction des particules de ciment n'ayant pas réagi. Ces résultats sont en accord avec ceux d'Abdulkareem *et al.* [Abdulkareem *et al.*, 2021], qui ont testé des mélanges de BUHP avec des compositions similaires. Les auteurs ont identifié quelques silicates de calcium non hydratés (C_3S) à 3 jours. La teneur en alite anhydre est plus élevée dans le béton de référence que dans les autres mélanges de BUHP et diminue avec des taux de remplacement du ciment par du laitier plus élevés. À un âge plus avancé (90 jours) et malgré la progression de l'hydratation, il y avait encore des pics de C_3S , C_2S et C_4AF . Cela indique qu'une quantité importante de ciment anhydre subsiste dans les mélanges BUHP. Comme pour l'hydratation à 3 jours, l'ajout de laitier aux mélanges entraîne une réduction de l'intensité des pics de C_3S à 90 jours. Yalçinkaya et Çopuroğlu [Yalçinkaya et Çopuroğlu, 2021] ont également détecté des pics de C_3S , C_2S et C_4AF pour des mélanges BUHP à la fin de la période de cure de 90 jours. Ces pics sont censés disparaître à long terme et être remplacés par des pics liés à de nouveaux produits d'hydratation. Les diffractogrammes des BUHP indiquent que malgré la progression de l'hydratation et les pourcentages élevés de remplacement du ciment par du laitier, des particules de ciment anhydre sont encore visibles.

À l'âge de 3 jours, les intensités de Portlandite (P) à environ 18° sont presque les mêmes pour tous les bétons testés. Une légère diminution des pics a été observée avec l'augmentation de la quantité de LHF dans les mélanges $SL1-50_{SF}$ et $SL2-50_{SF}$. Pour des taux élevés de remplacement du ciment par du laitier, la quantité de Portlandite formée semble diminuer en raison de la réduction de la teneur en ciment et de sa consommation possible par la réaction pouzzolanique des LHF et de la fumée de silice, ce qui entraîne de faibles quantités de Portlandite au jeune âge [Abdulkareem *et al.*, 2018 (b)]. Il est bien connu que la Portlandite réagit avec les produits pouzzolaniques pour générer des C-S-H supplémentaires. À l'âge de 90 jours, la Figure 6.3 montre une légère augmentation des intensités de Portlandite à environ 18° pour tous les mélanges analysés. Cela implique une augmentation des quantités de Portlandite entre 3 et 90 jours. Malgré la présence de particules pouzzolaniques (FS et laitier), qui devraient participer à la consommation d'hydroxyde de calcium, la quantité de ce produit augmente avec la progression de l'hydratation. Comme démontré par les résultats d'ATG, la Portlandite est produite plus rapidement par le C_3S entre 3 et 90 jours que ce qu'elle n'est consommée par le laitier ou la fumée de silice. Cependant, ceci peut être compensé par la progression du processus d'hydratation sur le long terme et la croissance

de C-S-H due à l'hydratation du ciment et aux réactions hydrauliques et pouzzolaniques du laitier. En raison de la grande finesse des particules de laitier et donc de l'effet de nucléation hétérogène [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)], les particules fines peuvent partiellement réagir avec la Portlandite pour produire d'autres produits d'hydratation. Comme le montrent les **Figures 6.2 et 6.3**, les pics de C-S-H sont particulièrement peu visibles dans tous les diffractogrammes, à l'exception de quelques pics confondus avec ceux des particules anhydres. Enfin, en raison de la faible teneur en C_3A , les pics AFt à environ 9° et 16° [Ahmed *et al.*, 2021] n'étaient pas visibles à 3 et 90 jours. Bahmani et Mostofinejad [Bahmani et Mostofinejad, 2022] ont confirmé qu'il est généralement difficile de détecter l'ettringite dans les résultats DRX des BUHP incorporant de la fumée de silice.

On peut conclure que, dans notre cas, la diffraction des rayons X (DRX) est une méthode qualitative permettant d'identifier les phases présentes dans une matrice cimentaire. Dans cette étude, l'analyse a confirmé la présence de particules anhydres même à un âge avancé. Cette observation est attribuée à la teneur élevée en ciment dans les mélanges de BUHP et à la quantité insuffisante d'eau pour une hydratation complète du ciment. En se concentrant sur les profils DRX des BUHP testés, même avec 50% de laitier, il y a de la Portlandite à 3 et 90 jours qui pourrait réagir avec le laitier à des âges plus avancés.

6.2.3.Observations MEB

Pour étudier la microstructure des BUHP, quelques mélanges (Ref_{SL2}, SL1-30_{SL2} et SL2-50_{SF}) ont été analysés au MEB dans cette section, et les images sont illustrées sur les **Figures 6.4-6.6**. À faible grossissement, les images montrent les grains de sable, généralement de forme angulaire avec une bordure nette et parfois arrondie, bien dispersées dans la pâte. Des bulles d'air sont clairement observées pour les mélanges Ref_{SL2} et SL1-30_{SL2}. Ceci est principalement attribué à l'absence de vibration pendant le moulage. Il est important de mentionner que les bétons sont conçus dans cette étude pour avoir une compacité améliorée en utilisant une variété d'ajouts minéraux (FS, QC et LHF). Les BUHP sont composés de grains de sable très fins et d'une phase matricielle compacte comprenant des produits d'hydratation, des particules de ciment anhydre et des poudres fines. Par conséquent, une microstructure ultra-dense est obtenue pour tous les bétons testés.

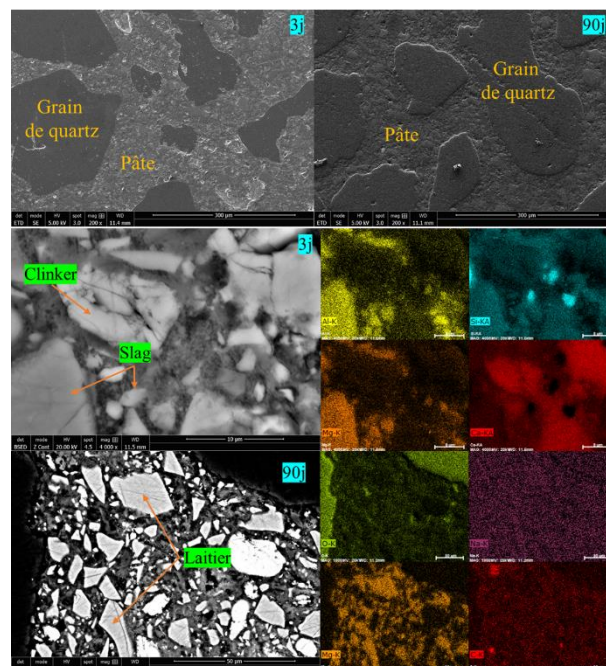


Figure 6.4 : Images MEB de SL2-50_{SF}.

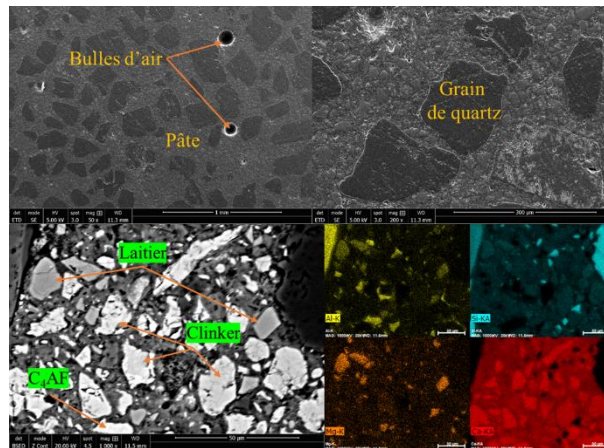


Figure 6.5 : Images MEB de Ref_{SL2} à 90 jours.

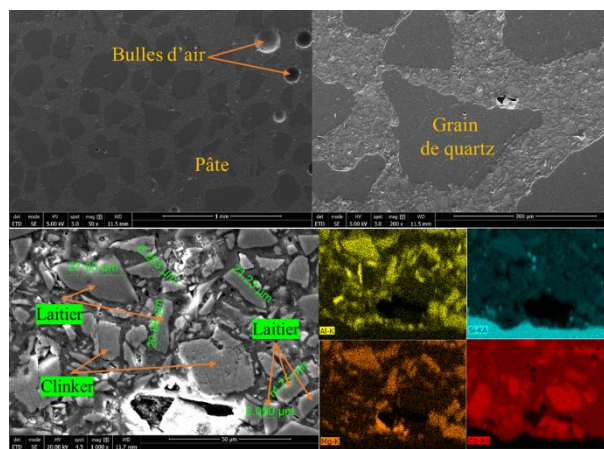


Figure 6.6 : Images MEB de SL1-30_{SL2} à 90 jours.

Comme pour les analyses DRX, les images au MEB confirment la présence de particules de clinker anhydre, même à un âge avancé. Des particules de laitier anhydre ont également été détectées par les observations au MEB. Ces particules ont été identifiées sur la base de la composition chimique déterminée par des analyses complémentaires (cartographie EDX et analyse ponctuelle). Dans tous les échantillons analysés, les teneurs en Ca et Si des particules de clinker sont élevées et parfois associées à de l'aluminium et du fer. Pour les grains de laitier, Ca, Si, Mg et Al ont également été observés ; le magnésium (Mg) étant l'élément le plus important. En se focalisant sur le contraste observé sur les micrographies (régions "sombres" et "claires") obtenues avec des électrons rétrodiffusés (BSE), il apparaît que les régions "sombres" correspondent à des particules de laitier anhydre, tandis que les régions "claires" sont composées principalement de particules de clinker. Pour le mélange SL2-50_{SF}, une grande quantité de particules de laitier anhydre est clairement observée. Cette constatation est principalement attribuée à la teneur élevée en SL2 et à la quantité limitée de Ca(OH)₂ expliquée par le faible rapport eau/liant. Comme l'indique la **Figure 6.6**, de nombreuses particules de laitier restent anhydres. Les tailles de particules détectées vont de 6 μm à 27 μm , ce qui signifie que certaines particules fines n'ont pas réagi. En raison de la teneur élevée en ciment dans Ref_{SL2}, les grains de clinker non hydratés sont plus visibles que les particules de laitier. De ce fait, l'amélioration de la microstructure des mélanges de BUHP n'est pas seulement attribuée à la formation de produits d'hydratation solides, mais aussi aux quantités importantes de particules anhydres (clinker et laitier) qui participent à l'amélioration de la compacité du squelette granulaire du béton et améliorent ainsi les performances mécaniques et de durabilité des mélanges.

Comme le montrent les **Figures 6.5 et 6.6**, il est clair que la microstructure interne des BUHP à 90 jours est principalement composée de particules anhydres, de produits d'hydratation, d'agrégats très fins, de pores et de vides d'air. Les bulles d'air sont plus visibles dans SL1-30_{SL2} et Ref_{SL2} que dans SL2-50_{SF}. Malgré sa plus faible activité par rapport au SL2 et à la FS, la nature grossière du laitier ordinaire (SL1) pourrait le rendre plus intéressant (à 30 %) pour améliorer la compacité et donc la microstructure du mélange SL1-30_{SL2}. La microstructure des échantillons contenant 50 % de SL2 semble être la plus dense. Ceci peut être attribué à l'empilement serré de FS, de ciment et de laitier avec les teneurs appropriées. L'effet de remplissage et la réaction pouzzolanique du SL1 sont moins importants que ceux du SL2 et de la FS, de sorte que des pores capillaires déconnectés et dispersés de petite taille peuvent encore être observés dans l'échantillon incorporant 30 % de SL1. D'une manière générale, la compacité des particules de matériau à base de ciment a un effet direct sur le processus d'hydratation et le développement de la microstructure [Zhang *et al.*, 2011 ; Elrahman et Hillemeier, 2014]. Plus la compacité est élevée, plus la microstructure est dense [He *et al.*, 2018]. Les particules de FS sont plus fines que les particules de laitier, mais la compacité du système ternaire de matériaux cimentaires comprenant du ciment, de la FS et du LHF avec la teneur appropriée peut dépasser celle du système binaire contenant du ciment et de la FS. Cela explique probablement pourquoi l'utilisation de 50 % de SL2 améliore la microstructure des BUHP à long terme.

La présence simultanée de particules de FS et d'un taux élevé de SL2 (50 %) réduit la porosité. Il en résulte une structure plus dense, ce qui indique que l'incorporation de 50 % de SL2 peut également produire les meilleures propriétés mécaniques. Par conséquent, lorsque le BUHP comprend du laitier plus fin, on peut s'attendre à ce qu'à des âges plus avancés, une matrice cimentaire compacte et plus dense est produite et que les particules participant à la réaction d'hydratation soient plus nombreuses en raison de la teneur réduite en SP et de la finesse élevée du SL2. Au jeune âge, les produits d'hydratation sont encore en croissance et ne permettent pas de former une microstructure très dense. Cela peut également expliquer la résistance à la compression plus faible des BUHP à base de laitier au jeune âge. Par rapport aux mélanges Ref_{SL2} et SL1-30_{SL2}, les images MEB du SL2-50_{SF} montrent une microstructure avec moins de pores. La présence de FS et de SL2 fournit des sites de nucléation supplémentaires pour les produits d'hydratation, ce qui accélère le processus d'hydratation du clinker et favorise une génération plus rapide de produits d'hydratation. Les réactions pouzzolaniques du laitier et de la FS permettent la formation de produits d'hydratation remplissant continuellement les grands pores à un âge d'hydratation tardif [Abdukareem *et al.*, 2021]. En outre, on peut affirmer que dans les BUHP, en raison de l'utilisation de grandes quantités de ciment (environ 1000 kg/m³), la quantité de particules de ciment anhydre est significative, ce qui participe à l'amélioration des performances des BUHP [Loukili *et al.*, 1999 ; Bahmani et Mostofinejad, 2022].

L'un des moyens d'améliorer la microstructure et le développement de la résistance des BUHP est d'accélérer les réactions d'hydratation, car cette action augmente la production des C-S-H par l'hydratation du ciment et les réactions entre la Portlandite et les particules de FS et de laitier. L'inclusion de particules de laitier peut être utile pour accélérer le processus d'hydratation en raison de la teneur réduite en SP nécessaire pour atteindre la maniabilité visée. Malgré l'absence de particules de FS dans Ref_{SL2} et SL1-30_{SL2}, les échantillons de BUHP présentent une microstructure très dense, ce qui est dû au faible rapport eau/liant et au fait que les particules de laitier (SL1 ou SL2) peuvent remplir efficacement les vides et les pores capillaires. À un âge plus avancé, des produits d'hydratation se connectent les uns aux autres, formant une microstructure dense, qui se manifeste macroscopiquement par une diminution de la porosité, une amélioration de la compacité et une augmentation de la résistance mécanique et des propriétés de durabilité [Sakai *et al.*, 2010 ; Son *et al.*, 2019]. Ce résultat est attribué aux effets chimiques et physiques du LHF.

6.2.4. Observations MET

Pour mieux apprécier la composition des BUHP, la réactivité des composants, les morphologies et la composition chimique de certains échantillons durcis (pendant 90 jours) ont été examinées par analyse au MET. La haute résolution de cette technique est utile pour l'analyse des composants amorphes et cristallisés. L'analyse MET a également été réalisée avec un spectromètre EDX afin de déterminer la composition chimique des différents produits d'hydratation présents dans le mélange.

Les images au MET des mélanges Ref_{SF} et SL2-50_{SF} à 90 jours sont présentées sur les **Figures 6.7** et **6.8**, respectivement. Pour ces mélanges, les particules sphériques de fumée de silice, identifiées par l'analyse EDX, sont entourées d'une quantité importante de gel de C-S-H. Les particules de FS présentent diverses caractéristiques morphologiques, apparaissant comme des sphères de couleur gris clair de différents volumes, tandis que les gels de C-S-H se présentent sous la forme d'assemblages gris clair. Les produits d'hydratation observés à la surface des particules de fumée de silice indiquent que certaines réactions d'hydratation se produisent à la surface des particules ultrafines ($< 0,6 \mu\text{m}$). Compte tenu de sa finesse et de sa surface spécifique plus élevée, la fumée de silice fournit davantage de sites de nucléation pour les produits d'hydratation et favorise le processus d'hydratation, améliorant ainsi les performances à long terme des mélanges de BUHP [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a) ; Chen *et al.*, 2022 ; Han *et al.*, 2022]. Il est important de noter que les images au MET montrent des particules de ciment anhydre, ce qui est principalement attribué à la teneur élevée en ciment et au rapport eau/liant extrêmement faible. Il en résulte non seulement une pâte de ciment compacte et uniforme, mais aussi des particules de fumée de silice anhydres [Mosavinejad *et al.*, 2020]. Comme le montre clairement la **Figure 6.8**, malgré la réduction de la teneur en ciment par l'incorporation d'un taux élevé de laitier superfine, certaines particules de FS n'ont toujours pas réagi. Pour l'échantillon témoin et l'échantillon contenant 50 % de SL2, les images au MET indiquent que les particules de FS ont partiellement réagi avec la Portlandite, ce qui est à l'origine de la disparition d'une partie de la sphère. Ces résultats sont en accord avec ceux d'Abdulkareem *et al.* [Abdulkareem *et al.*, 2021], qui ont montré par des observations MET que certaines réactions d'hydratation se sont produites à la surface des particules de fumée de silice.

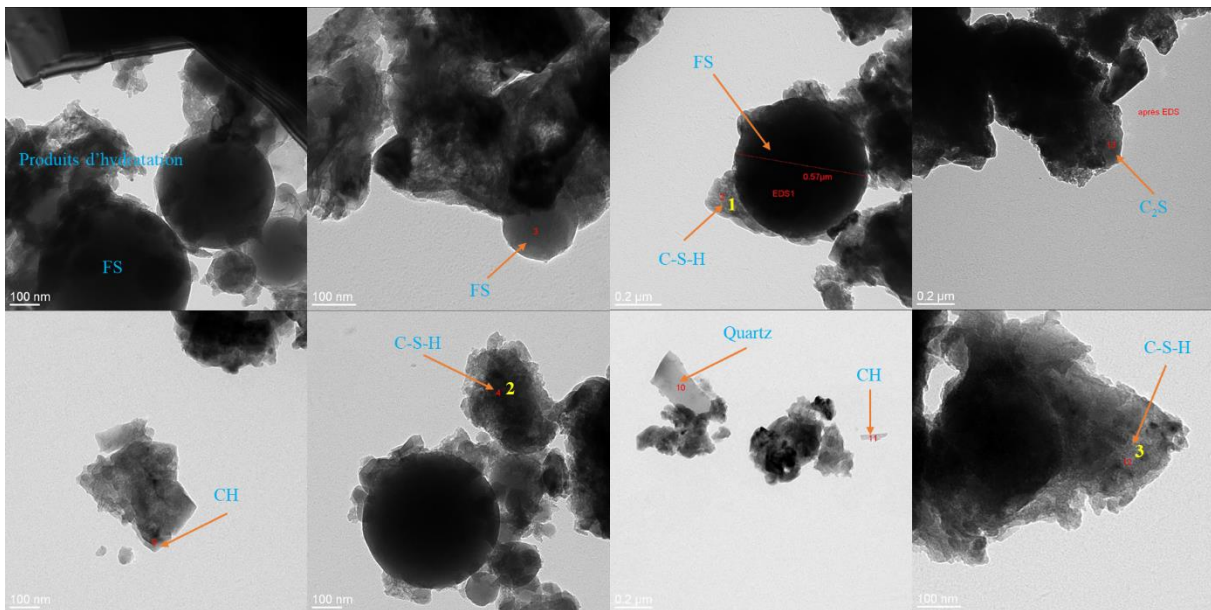


Figure 6.7 : Images MET de Ref_{SF} à 90 jours.

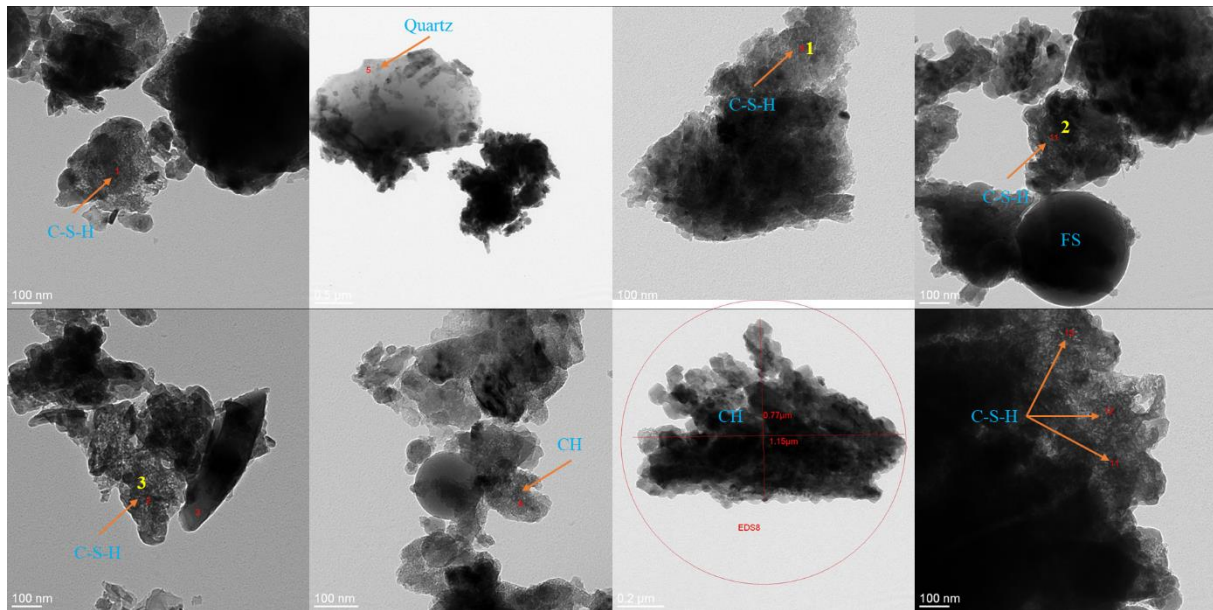


Figure 6.8 : Images MET de SL2-50_{SF} à 90 jours.

Les principaux produits d'hydratation dans les mélanges analysés sont des gels de C-S-H, et quelques petits cristaux d'hydroxyde de calcium (CH) peuvent également être détectés. Les C-S-H sont les produits d'hydratation dominants des matrices cimentaires et leur composition chimique ainsi que leurs propriétés physiques affectent la performance du béton. Certains auteurs ont attribué les différents degrés de gris à une différence dans la structure des pores et la teneur en eau de la zone [Famy *et al.*, 2002]. Il est bien connu que les produits d'hydratation du ciment sont affectés par l'inclusion d'ajouts minéraux dans le béton, comme le montrent les observations de Suda *et al.* [Suda *et al.*, 2015], qui ont rapporté que le rapport Ca/Si du gel de C-S-H produit à partir de LHF est inférieur à celui généré par l'hydratation du ciment Portland. Les auteurs ont établi une relation linéaire entre le rapport Ca/Si et la densité des C-S-H indépendamment de la composition du mélange, de la température de cure et du type de liant. Les images MET montrent que le gel de C-S-H est formé avec différentes morphologies et qu'il est étroitement associé à d'autres particules (comme la FS). Des analyses chimiques plus pointues (analyse de points EDX) ont été effectuées sur l'assemblage de phases produit dans les mélanges Ref_{SF} et SL2-50_{SF}. À titre d'exemple, trois points ont été analysés pour chaque mélange (**Tableau 6.1**).

Tableau 6.1 : Rapports atomiques pour les trois zones du gel de C-S-H.

Point analysé	Rapport	Rapport atomique (Éléments/Calcium)	
		Ref _{SF}	SL2-50 _{SF}
Point 1 en jaune	Al/Ca	0 [Ca = 24.2%]	0.30 [Ca = 10.5%]
	Si/Ca	0.43	2.26
Point 2 en jaune	Al/Ca	0.19 [Ca = 12.4%]	0.26 [Ca = 9.2%]
	Si/Ca	1.81	3.21
Point 3 en jaune	Al/Ca	0.28 [Ca = 10.5%]	0.38 [Ca = 13.5%]
	Si/Ca	1.64	1.33

Comme indiqué dans le **Tableau 6.1**, une différence importante peut être observée entre les rapports atomiques Ca/Si des différentes zones pour chaque béton testé. Cette variabilité est partiellement due au fait que le gel de C-S-H est mélangé à d'autres particules (FS, quartz, etc.). Des analyses complémentaires du gel de C-S-H, surtout à des âges plus avancés, pourraient confirmer que l'incorporation de laitier superfin entraîne une diminution du rapport Ca/Si, une augmentation du rapport Al/Ca et une réduction des quantités de Ca.

Les analyses au microscope électronique à transmission (MET) ont révélé que les C-S-H avec différents rapports Ca/Si sont présents dans la matrice de BUHP. Les résultats obtenus confirment la participation des additions pouzzolaniques à la formation d'un gel de C-S-H supplémentaire. Ceci est clairement démontré par la réduction de la teneur en Ca. Cependant, en raison de la présence d'une variété de matériaux (OPC, FS et LHF), les C-S-H générés par chaque composant ne peuvent pas être distingués.

6.2.5. Porosimétrie par intrusion de mercure (PIM)

La distribution de la taille des pores des matériaux cimentaires est un indicateur physico-chimique important des propriétés de transfert. La porosimétrie au mercure est utilisée pour évaluer la structure poreuse des mélanges de BUHP. La distribution porale (de 3,6 nm à 432 μm) et le volume cumulé de mercure des échantillons de BUHP, après un durcissement de 3 et 90 jours, sont illustrés sur les **Figures 6.9-6.12** (en raison de sa résistance à la compression relativement faible, le mélange SL1-50_{SF} a été écarté et n'a pas été analysé). Les porosités totales mesurées sont résumées dans le **Tableau 6.2**. Pour étudier en profondeur la structure des pores dans les mélanges de béton durci, la porosité est classée en porosité de gel, porosité capillaire et porosité grossière qui comprend les bulles d'air et d'autres formes de vides (par exemple, les fissures de retrait). Cette classification est basée sur des études récentes [Wang *et al.*, 2019 ; Li *et al.*, 2021(b)]. La **Figure 6.13** présente les plages de tailles de pores permettant de caractériser la distribution porale des mélanges de BUHP étudiés. La proportion associée à chaque type de porosité est exposée sur la **Figure 6.14**. Il convient de noter que dans cette étude, les pores dont le diamètre est inférieur à 3,6 nm ne sont pas accessibles au mercure, et ce malgré une pression d'injection de 413 MPa.

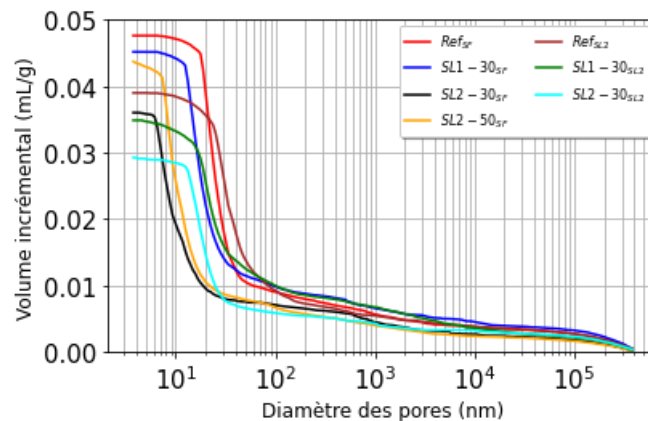


Figure 6.9 : Courbes du volume de mercure cumulé des BUHP étudiés à 3 jours.

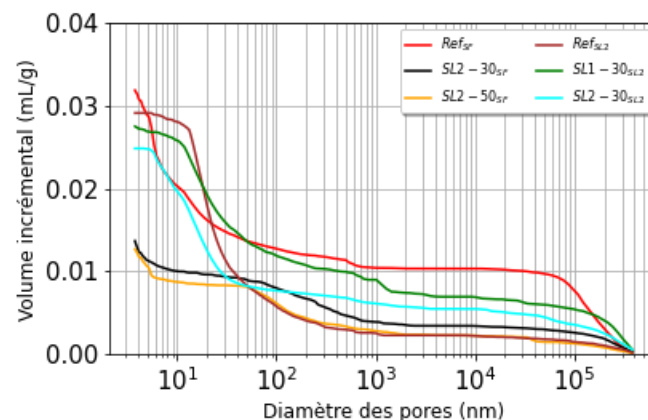


Figure 6.10 : Courbes du volume de mercure cumulé des BUHP étudiés à 90 jours.

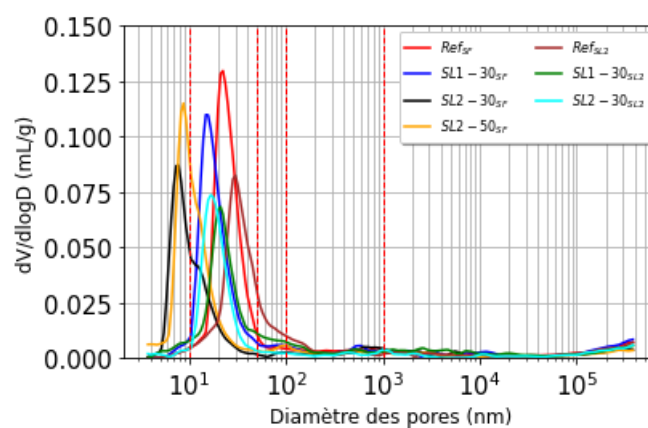


Figure 6.11 : Distribution des pores des BUHP étudiés à 3 jours.

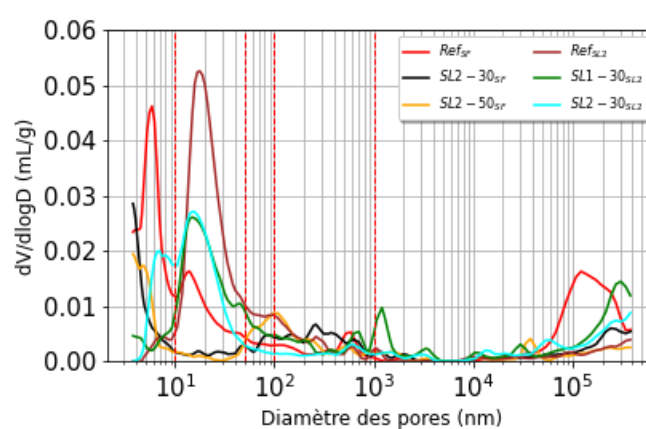


Figure 6.12 : Distribution des pores des BUHP étudiés à 90 jours.

Tableau 6.2 : Porosité totale des mélanges de BUHP étudiés.

Mélanges		Ref_SF	SL1-30_SF	SL2-30_SF	SL2-50_SF	Ref_SL2	SL1-30_SL2	SL2-30_SL2
Porosité totale (%)	3j	10,90	10,25	8,37	9,94	9,21	8,09	6,96
	90j	7,36	-	3,26	2,97	7,28	6,28	5,93

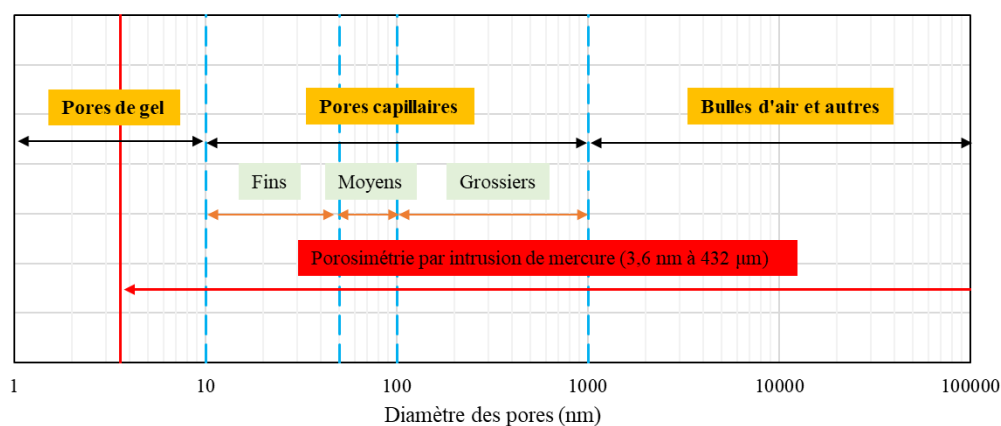


Figure 6.13 : Les différentes familles des pores à analyser.

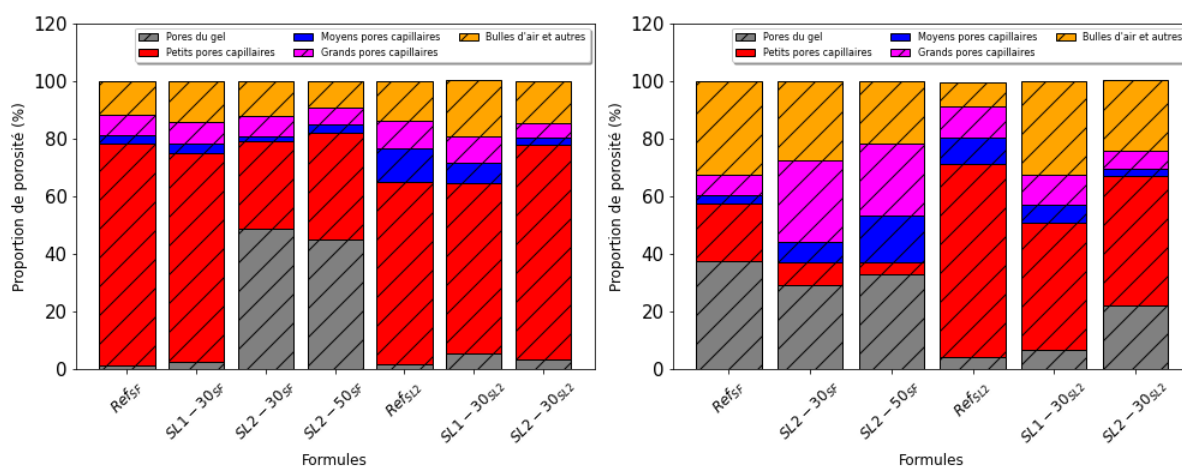


Figure 6.14 : Distribution du volume des pores des mélanges de BUHP à 3j (à gauche) et 90j (à droite).

Le **Tableau 6.2** montre que les bétons de référence (Ref_{sf} et Ref_{sl2}) présentent presque la même porosité totale à 3 et 90 jours. D'après les **Figures 6.9** et **6.10**, les diamètres de pores les plus probables de Ref_{sf} à 3 et 90 jours sont respectivement de 22,44 nm et 5,86 nm. Ces diamètres de pores sont de 30,14 nm et 17,76 nm pour Ref_{sl2} aux mêmes âges, respectivement. Ces résultats indiquent la finesse du réseau poreux de Ref_{sf} et Ref_{sl2} même au jeune âge. Comme le montre clairement la **Figure 6.14**, après seulement 72 heures, la porosité pour les pores d'un diamètre inférieur à 50 nm est de 8,5 % (soit 78 % de la porosité totale) et de 5,98 % (correspondant à 64,9 % de la porosité totale) pour les mélanges Ref_{sf} et Ref_{sl2}, respectivement. Ces résultats sont cohérents avec ceux de Loukili *et al.* [Loukili *et al.*, 1999], qui ont testé un composite fibré contenant une teneur élevée en FS (25%). Ces auteurs ont confirmé l'absence de pores capillaires de grande taille (diamètre > 50 nm) après seulement 24 heures après le malaxage. À un âge plus avancé (90 jours), une diminution significative du volume total des pores a été enregistrée à la fois pour les mélanges Ref_{sf} et Ref_{sl2} (de -32,5 % et -21 %, respectivement). Un déplacement du pic principal a également été observé. La réduction de la porosité totale et la modification de la distribution de la taille des pores pour Ref_{sf} et Ref_{sl2} sont certainement dus à un effet de remplissage efficace et à des réactions pouzzolaniques se produisant entre les particules de FS et SL2 et l'hydroxyde de calcium pour former un gel de C-S-H supplémentaire. La **Figure 6.14** montre que les pores formés dans les hydrates sont plus importants dans Ref_{sf} que dans Ref_{sl2}. Cependant, si l'on considère la porosité des pores inférieurs à 50 nm, on constate qu'elle représente 57,5 % de la porosité totale de Ref_{sf}, tandis qu'elle est de 71,7 % pour Ref_{sl2}. On peut noter que bien que les deux formulations de référence aient une porosité totale assez proche, elles présentent des structures de pores légèrement différentes. En raison de leur grande finesse, la FS et le SL2 jouent un rôle important dans l'affinage et la densification de la structure poreuse du béton. Les particules les plus fines remplissent les vides entre les particules de ciment elles-mêmes et les espaces entre les particules de ciment et de granulats [Abdukareem *et al.*, 2021]. Les activités pouzzolaniques élevées de la FS et du SL2 ont conduit à une diminution supplémentaire du diamètre des pores et de la porosité capillaire au cours de l'hydratation.

Comme le montre le **Tableau 6.2**, le béton contenant 30 % de SL1 (SL1-30_{sf}) présente une porosité totale de 10,25 % à 3 jours. Le diamètre de pores le plus probable de ce mélange est de 14,92 nm contre 22,44 nm pour le mélange de référence Ref_{sf}. Le changement dans la distribution de la taille des pores du SL1-30_{sf} indique le rôle physique du SL1 dans l'affinement de la microstructure du BUHP, entraînant une très légère diminution de la porosité par rapport au mélange Ref_{sf}. Il est important de souligner que malgré le fait que la porosité pour les pores d'un diamètre inférieur à 50 nm est plus élevée dans Ref_{sf} que dans SL1-30_{sf}, la porosité du gel (diamètre < 10 nm) est plus présente dans le mélange à base de 30

% de SL1 que dans le béton de référence. Pour mieux expliquer ce phénomène, les raisons suivantes peuvent être considérées : i) le mélange de référence contient des particules de ciment anhydre en une proportion pouvant atteindre 30 %, comme démontré par l'analyse DRX (**Figure 6.2**), ce qui fait que le mélange à base de 30 % de laitier ordinaire a une porosité proche de celle de Ref_{SF} ; ii) la teneur élevée en SP dans le mélange de référence inhibe la dissolution des particules de ciment anhydre, ce qui ralentit la réaction d'hydratation au jeune âge. En raison de la finesse élevée du SL1 par rapport au CPO et de la teneur réduite en SP dans SL1-30_{SF}, le processus d'hydratation peut être accéléré, ce qui permet d'obtenir plus de produits d'hydratation.

L'ajout de 30 % de SL2 (SL2-30_{SF}) entraîne une baisse de la porosité totale à 3 et 90 jours par rapport au mélange Ref_{SF}. Après 3 jours d'hydratation, la porosité du SL2-30_{SF} est principalement constituée de pores formés dans les hydrates. Ce résultat peut être attribué à l'effet combiné des particules de FS et de SL2. En conséquence, la finesse plus élevée permet un remplissage optimal des vides entre les particules de ciment dans le béton. La finesse du laitier exerce un impact positif sur l'évolution de la structure de pores en réduisant la taille critique des pores, c'est-à-dire en affinant la porosité. Au fur et à mesure que l'hydratation progresse, le volume total des pores diminue, mais le réseau poreux du SL2-30_{SF} devient relativement grossier. Par exemple, la porosité grossière (diamètre > 1000 nm) représente 27,5 % de la porosité totale à 90 jours contre 12,3 % à 3 jours. Les vides grossiers peuvent être induits par le retrait endogène élevé du mélange à base de SL2. Dans le cas d'un taux élevé de laitier superfin, on constate que 50 % de SL2 réduit le volume total des pores par rapport au béton Ref_{SF} à la fois à 3 et à 90 jours. Cet effet positif s'explique par la grande finesse des particules de SL2. La porosité totale à 3 jours du SL2-50_{SF} est légèrement supérieure à celle du SL2-30_{SF}. Malgré la teneur élevée en SL2, les pores ne sont pas efficacement remplis. Ce résultat peut être attribué à la teneur élevée en SP et donc à la quantité limitée de produits d'hydratation dans SL2-50_{SF} par rapport au SL2-30_{SF}. Cet effet peut également être reflété par les diamètres de pores les plus probables, qui sont de 7,82 nm et 8,79 nm pour SL2-30_{SF} et SL2-50_{SF}, respectivement. Cependant, à 90 jours, la porosité totale du SL2-50_{SF} est inférieure à celle du SL2-30_{SF}. Ce phénomène est certainement dû à la présence d'une grande quantité de particules superfines et à l'effet pouzzolanique qui prévaut à long terme. Li *et al.* [Li *et al.*, 2021 (b)] ont également confirmé que la diminution du D50 du laitier participe à l'affinement de la structure des pores en accélérant la formation de nombreux hydrates. Il convient de noter que le pic principal n'est pas visible dans la **Figure 6.10** pour les mélanges SL2-30_{SF} et SL2-50_{SF}. Cela signifie qu'une porosité significative pour les pores d'un diamètre inférieur à 3,6 nm (pores de gel) n'est pas mesurable par porosimétrie au mercure. La **Figure 6.14** montre qu'à tous les âges, la porosité du SL2-30_{SF} et du SL2-50_{SF} est principalement constituée de pores formés dans les hydrates. Une porosité relativement grossière (diamètre > 1000 nm) est clairement observée à un âge plus avancé. En résumé, le SL2 a rendu la structure des pores des BUHP considérablement plus fine et a contribué à la réduction de la porosité totale.

Lorsque la FS est complètement remplacée par le SL2, on remarque que l'incorporation de 30 % de LHF (SL1-30_{SL2} et SL2-30_{SL2}) entraîne une réduction du volume total des pores. La porosité totale du SL1-30_{SL2} a diminué de 12,2 % et 13,7 % à 3 et 90 jours, respectivement, par rapport au Ref_{SL2}. Pour SL2-30_{SL2}, une réduction de 24,4 % et 18,5 % a été enregistrée à 3 et 90 jours, respectivement, par rapport au Ref_{SL2}. Après 3 jours d'hydratation, le diamètre des pores le plus probable diminue légèrement au fur et à mesure que la finesse du laitier augmente. Cette observation confirme le rôle physique des particules de laitier superfin dans l'affinement de la microstructure des BUHP. À un âge plus avancé, le diamètre des pores le plus probable est de 14,92 nm pour SL1-30_{SL2} et SL2-30_{SL2}, ce qui démontre l'importance des réactions pouzzolaniques des LHF pour former plus de gel de C-S-H. La **Figure 6.14** indique que l'ajout de 30 % de LHF (SL1-30_{SL2} et SL2-30_{SL2}) favorise la transformation des pores capillaires fins en

pores de gel. La raison principale est que la formation d'hydrates a été accélérée pour remplir les pores capillaires, rendant ainsi les matrices de BUHP plus denses.

En conclusion, on peut considérer que la FS est plus efficace que le SL2 pour affiner et densifier la microstructure des BUHP. Ceci peut être clairement observé en comparant les deux formulations SL2-30_{SF} et SL2-30_{SL2} à 90 jours. Pour les deux mélanges, la substitution complète de la FS par du laitier superfin conduit à une augmentation de la porosité totale et du diamètre des pores le plus probable. Les pores de gel sont plus identifiés dans SL2-30_{SF} que dans SL2-30_{SL2}. Ce résultat est principalement attribué à la finesse élevée et à l'activité pouzzolanique des particules de FS. Il est important de noter que la porosité grossière (> 1000 nm) observée pour toutes les formulations peut être causée par des microfissures générées par un retrait endogène élevé et/ou un séchage à 105 °C de l'échantillon avant le test de porosité. La principale raison de la présence de bulles d'air est que les échantillons de BUHP moulés n'ont pas été vibrés pendant la préparation.

6.3. Propriétés de durabilité des BUHP

Dans cette partie du chapitre, nous nous intéressons à l'évolution des propriétés de durabilité des BUHP en fonction de la finesse et la teneur en laitiers des hauts fourneaux (LHF). L'objectif est de quantifier et d'étudier la porosité accessible à l'eau, la carbonatation et la diffusion des ions chlore des BUHP.

6.3.1. Porosité accessible à l'eau (PAE)

Il est intéressant de mentionner que la porosité accessible à l'eau (PAE) a un impact majeur sur les propriétés de transport des matériaux à base de ciment [Liu *et al.*, 2015]. Les PAE mesurées sur les échantillons de BUHP durcis pendant plus de 90 jours sont présentées sur la **Figure 6.15**. Comme on peut le constater, tous les mélanges testés présentent une porosité totale inférieure à 5 %. Ces résultats confirment que le matériau développé respecte la porosité des BFUP recommandée par la norme française (< 9%) [NF P18-470, 2016] malgré la durée de saturation prolongée (7 jours). Les valeurs rapportées sont proches de celles trouvées dans des travaux antérieurs [Resplendino et Petitjean, 2003 ; Mounanga *et al.*, 2012].

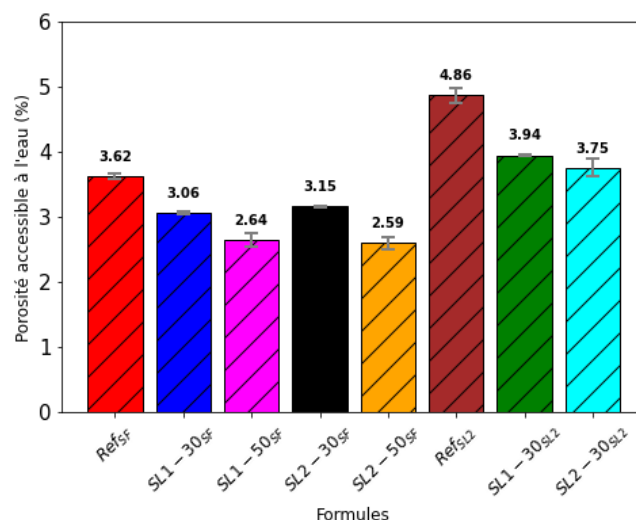


Figure 6.15 : Porosité accessible à l'eau des BUHP mesurée après 90 jours d'hydratation.

Il peut être établi que la substitution totale de la FS par le laitier superfin (SL2), pour le mélange de référence (Ref_{SL2}), conduit à une augmentation de la porosité de 34,3 % par rapport au béton de référence à base de FS (Ref_{SF}). En raison de sa surface spécifique extrêmement élevée, la FS présente une plus

grande réactivité que le SL2. La réduction de la porosité du mélange Ref_{SF} prouve l'importance de l'effet de remplissage des particules de FS qui combler les vides entre les particules de ciment elles-mêmes et les espaces entre les particules de ciment et de granulats [Abdulkareem *et al.*, 2021]. Une deuxième explication complémentaire pour la PAE inférieure de Ref_{SF}, comparée à celle de Ref_{SL2}, est la réaction pouzzolanique de FS qui forme un gel de C-S-H supplémentaire pour remplir les pores, réduisant ainsi la porosité totale. Des précédentes études ont révélé que la FS réagit rapidement avec le Ca(OH)₂ dans les BUHP en raison de sa finesse très élevée [Liu *et al.*, 2018].

La **Figure 6.15** montre que le remplacement de 30 % du ciment par le SL1 (SL1-30_{SF}) ou le SL2 (SL2-30_{SF}) induit une réduction de la PAE d'environ 15,5 et 13 %, respectivement, par rapport au mélange Ref_{SF}. Lorsque la FS est complètement remplacée par le SL2, une augmentation de la porosité est toujours constatée. Par exemple, le mélange SL1-30_{SL2} présente une porosité de 3,94 %, qui dépasse celle du mélange SL1-30_{SF} (+ 28,8 %). La même tendance est observée pour le mélange SL2-30_{SL2}. Cette observation est en accord avec les mesures effectuées sur les deux mélanges de référence. Il est intéressant de noter que la taille des particules des additions minérales peut être un facteur critique régissant les performances à long terme des BUHP. On peut souligner que la substitution du ciment par du LHF (SL1 ou SL2) est bénéfique pour la diminution de la porosité du béton. Cette constatation peut être attribuée au rôle majeur joué par le LHF, qui réduit la porosité de la matrice de deux manières : (i) l'effet de remplissage des particules de laitier. Ce comportement est attribué à leur grande finesse par rapport à celle du ciment (+ 15,7 % pour SL1 et + 92,8 % pour SL2), (ii) la réactivité élevée à long terme des particules de laitier. Le LHF est un produit hydraulique latent et sa réaction d'hydratation peut être divisée en deux parties ; une partie hydraulique et une partie pouzzolanique. En raison de son caractère hydraulique, le LHF réagit avec l'eau pour former des produits mécaniquement solides. La réaction pouzzolanique entre le LHF et le Ca(OH)₂ dans la solution des pores génère du gel de C-S-H supplémentaire. Ce dernier remplit la structure des pores, ce qui améliore la microstructure des BUHP [Liu *et al.*, 2018].

Pour une substitution de 50 % du ciment par du laitier (SL1 ou SL2), une baisse de la PAE est mesurée. La valeur de la porosité a diminué de 27,1 % pour le mélange SL1-50_{SF}, tandis que cette réduction est d'environ 28,5 % pour le mélange incorporant 50 % de laitier superfin, par rapport au mélange Ref_{SF}. Une teneur élevée en laitier s'est avérée plus efficace pour réduire la porosité des BUHP. Ce résultat est dû à l'effet de remplissage et aux hydrates supplémentaires produits par la réaction pouzzolanique entre le laitier et la Portlandite. L'effet de remplissage domine et la réduction de la porosité s'explique par la grande quantité de particules fines de laitier.

On peut conclure que le remplacement du ciment par du laitier entraîne une réduction de la PAE. Cette dernière diminue avec l'augmentation de la teneur en laitier. Cet effet bénéfique est attribué à l'effet physique des particules fines de laitier et à leur réactivité relativement élevée à un âge avancé. La contribution de la finesse du laitier à la réduction de la porosité des BUHP n'est pas significative. Comme indiqué, les différences enregistrées entre les valeurs de porosité des quatre BUHP contenant 30 % de laitier ou les deux mélanges incorporant 50 % de LHF n'étaient pas suffisamment élevées pour conclure à un effet particulier de la finesse du laitier.

Les résultats expérimentaux ont permis de conclure que les porosités obtenues avec la technique PIM sont plus élevées, dans la plupart des cas, que celles obtenues avec la méthode d'immersion dans l'eau. Cela s'explique par la différence entre les procédures adoptées. Le test PIM donne une plus grande porosité en raison de l'injection de mercure sous pression, de sorte que le mercure puisse atteindre des pores plus petits qu'avec la technique d'immersion dans l'eau. Le mercure est un produit très dense et pénètre dans les pores de très petite taille. Par conséquent, il peut pénétrer dans des pores plus petits et plus étroits que l'eau. En outre, La tension superficielle de l'eau est plus élevée que celle du mercure.

Cela signifie que l'eau a tendance à former des gouttes plutôt qu'à pénétrer dans les pores plus fins. L'angle de contact entre l'échantillon et le liquide peut également être un facteur influençant le mode de pénétration. Les angles de contact plus faibles facilitent la pénétration du liquide dans les pores.

6.3.2. Carbonatation

Après plus d'un an d'exposition à une atmosphère de 50 % de CO₂, les éprouvettes sont fendues en deux et pulvérisées avec une solution de phénolphthaléine (indicateur de pH). La **Figure 6.16 (b)** montre la difficulté de différencier la zone carbonatée, qui n'est pas incolore comme dans le béton ordinaire ou le béton à hautes performances. Ces observations sur les BUHP sont en accord avec les résultats obtenus par Ahmed *et al.* [Ahmed *et al.*, 2021] dans leur étude sur les BUHP incorporant différents teneurs en laitier. Il convient de noter que lorsque la solution de phénolphthaléine a été pulvérisée, une couleur rose foncé ou violet a été observée sur l'ensemble des sections transversales des différentes éprouvettes. Aucun front de carbonatation périphérique visible n'a été observé dans les échantillons pulvérisés. Ces résultats indiquent que, quelles que soient les conditions d'exposition (concentration élevée de CO₂), la profondeur de la carbonatation était difficile à détecter dans les mélanges étudiés. Comme nous l'avons vu au chapitre 5, les analyses ATG réalisées ont révélé des teneurs en Ca(OH)₂ faibles (2,5-3,6 %) pour toutes les formulations.

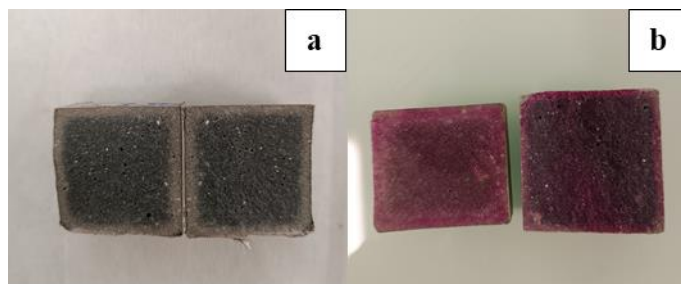


Figure 6.16 : Échantillon de BUHP (RefSL2) exposé à 50 % de CO₂ pendant un an, (a) avant et (b) après la pulvérisation d'une solution de phénolphthaléine.

Comme le montre clairement la **Figure 6.16 (a)**, un front périphérique de 3 à 5 mm a été détecté sur tous les échantillons fraîchement fendus avant la pulvérisation de la solution indicatrice. Cependant, ce front ne peut pas être attribué uniquement à la carbonatation, car il a été également observé sur les faces scellées de certains échantillons testés. Afin d'étudier en profondeur l'éventuelle carbonatation et de comparer les formules entre elles, une analyse thermogravimétrique (TGA) est effectuée pour déterminer la quantité de CO₂ qui a pénétré dans le matériau. Dans cette étude, des échantillons carbonatés et non carbonatés ont été analysés par ATG, couplée ici à un spectromètre de masse (SM). Des petits échantillons ont été prélevés de chaque zone, à savoir le front périphérique visible avant pulvérisation et le cœur de l'échantillon pour la partie non carbonatée, broyés et tamisés à moins de 315 µm. Le test a été réalisé sur des échantillons d'environ 250 mg à l'aide d'un analyseur thermique NETZSCH STA 449 F3. L'échantillon analysé a été chauffé de 30 °C à 1250 °C à une vitesse de 10 °C/min. L'analyseur thermique utilisé dans cette étude permet d'obtenir simultanément la courbe thermogravimétrique (TG), la courbe dérivée thermogravimétrique (DTG) et la courbe de l'analyse thermique différentielle (ATD) pour chaque échantillon. Une courbe ATG typique est illustrée sur la **Figure 6.17**, mettant en évidence les plages de température correspondant à la perte de CO₂ due à la décomposition de la calcite (CaCO₃). La libération de CO₂ peut commencer juste après le pic de décomposition de la Portlandite (410-520 °C) et se poursuit généralement jusqu'à 800-850 °C.

Les analyses réalisées sur la partie non carbonatée montrent qu'une petite quantité de CO₂, allant de 0,02 % à 0,39 %, est mesurée pour tous les mélanges testés. Ces quantités sont détectées par le spectromètre

de masse (capteur de CO₂). Cela peut s'expliquer par le fait qu'une certaine carbonatation des produits d'hydratation s'est produite au cours du processus de préparation de l'échantillon avant la réalisation des analyses TG-DTG [Wu *et al.*, 2016]. Des analyses TG-DTG ont également été effectuées sur les composants utilisés (CPO, SL1, SL2, FS et QC). Les résultats ont montré que le ciment contient une faible teneur en CO₂. La **Figure 6.18 (a)** présente les résultats (en pourcentage de masse) des mesures effectuées sur les échantillons carbonatés obtenus par spectromètre de masse. Un calcul de la perte de CO₂ due à la décomposition de la calcite a également été effectué pour évaluer la quantité de CO₂. Ce calcul est effectué dans les mêmes plages de température fournies par les analyses au spectromètre de masse. Les résultats de cette approche sont présentés sur la **Figure 6.18 (b)**. Il convient de noter que les valeurs indiquées correspondent aux pourcentages de CO₂ pénétré (pendant la période d'exposition et la préparation de l'échantillon) moins les mesures effectuées sur les échantillons non carbonatés.

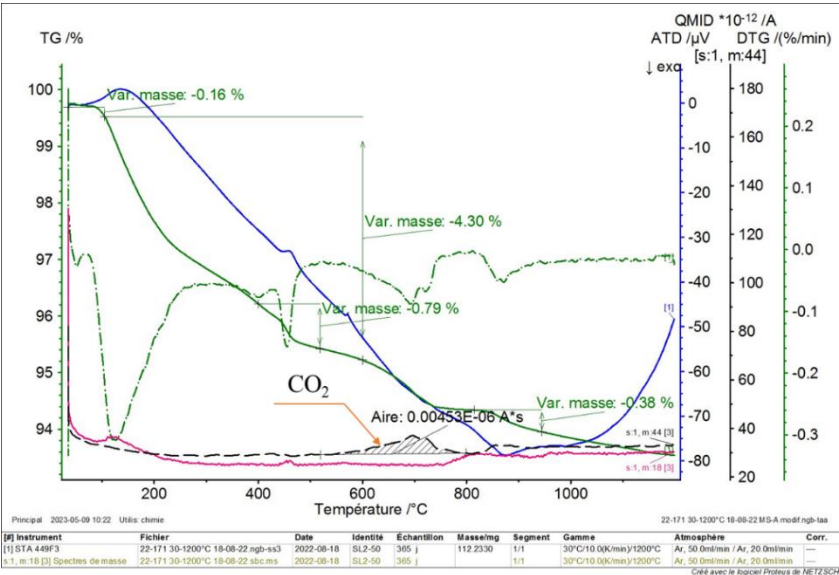


Figure 6.17 : Exemple de courbe ATG-ATD-SM (cas d'une zone carbonatée du mélange SL2-50sf).

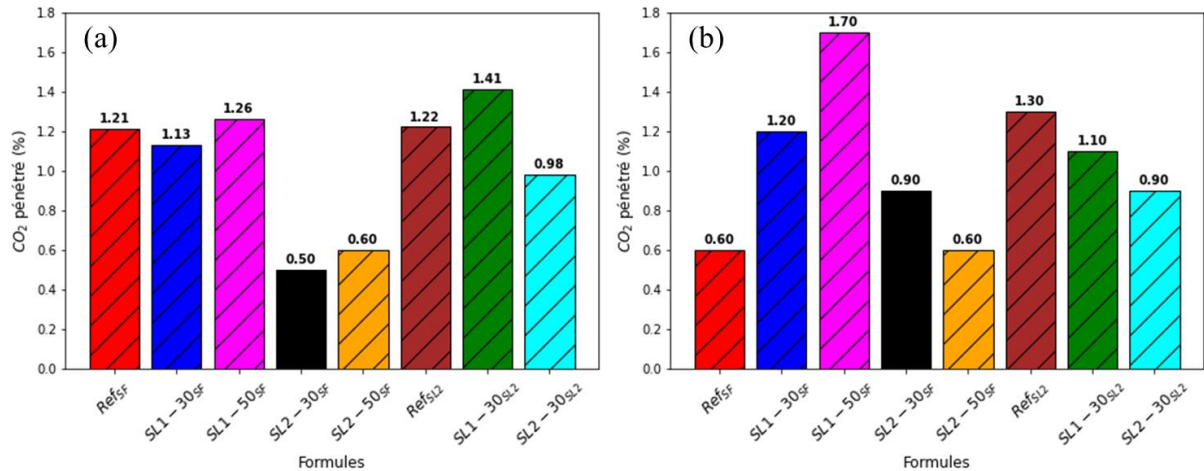


Figure 6.18 : Teneur en CO₂ des différents mélanges étudiées mesurée par : (a) SM et (b) ATG (perte de masse).

La **Figure 6.18** révèle une légère différence entre les deux méthodes de quantification de la teneur en CO₂, avec des écarts-types variant entre 0 et 0,4 %. Ce résultat peut s'expliquer non seulement par l'incertitude des mesures, mais aussi par la différence entre les techniques utilisées. En effet, pour la méthode SM, le CO₂ émis lors de la décomposition thermique de la calcite est détecté par un capteur.

La valeur du CO_2 est déterminée par un calcul d'aire basé sur un étalon de CO_2 de concentration connue. À partir de la courbe de calibration, qui relie l'aire sous le pic à la concentration en CO_2 de l'étalon, la concentration de CO_2 dans l'échantillon peut être déterminée par interpolation en fonction de l'aire sous le pic obtenue lors de son analyse. En ce qui concerne la méthode de la perte de masse, d'autres substances que le CO_2 peuvent être émises lorsque l'échantillon est chauffé entre 530 et 800 °C. Pour cette raison, il semble que la spectrométrie de masse fournisse des données quantitatives plus fiables. Dans ce qui suit, les résultats de la méthode SM sont discutés.

Comme on peut le voir clairement, bien que les échantillons aient été exposés à une atmosphère de 50 % de CO_2 pendant plus d'un an, le taux de CO_2 est inférieur à 1,5 % pour tous les mélanges testés. Cela démontre la haute résistance à la pénétration du CO_2 des BUHP et, par conséquent, leur excellente durabilité. Pour les mélanges Ref_{SF} et Ref_{SL2} , les teneurs en CO_2 mesurées sont très proches (1,2 %). En raison de sa grande finesse, le SL2 peut être utilisé avec succès pour produire des BUHP ayant un comportement similaire à celui des BUHP à base de fumée de silice. Par conséquent, cet ajout plus fin joue un rôle important dans l'amélioration des propriétés de durabilité des BUHP. La **Figure 6.18 (a)** montre que le laitier ordinaire, quel que soit son taux de remplacement, n'a pas d'effet significatif sur la carbonatation et que les mélanges à base de laitiers présentent une meilleure résistance à la pénétration du CO_2 . Pour le laitier superfine, on observe clairement que les bétons $\text{SL2-30}_{\text{SF}}$ et $\text{SL2-50}_{\text{SF}}$ ont une faible teneur en CO_2 ; environ 2 fois inférieure à celle du mélange de référence (Ref_{SF}). Ces résultats confirment l'effet bénéfique d'une finesse élevée du laitier sur les propriétés de durabilité des BUHP à base de laitier. Comme mentionné ci-dessus, l'incorporation de particules fines de laitier rend la microstructure plus dense et améliore la tortuosité en affinant le réseau poreux. En raison de leur grande finesse, les particules SL2 remplissent les espaces entre les particules de ciment et leur réaction produit un gel de C-S-H dense à long terme. Ce gel remplit les pores capillaires et réduit la porosité des BUHP. C'est pourquoi la porosité des mélanges $\text{SL2-30}_{\text{SF}}$ et $\text{SL2-50}_{\text{SF}}$ est extrêmement réduite. En l'absence de FS, 30 % de SL1 augmente la quantité de CO_2 de 15 % par rapport au mélange Ref_{SL2} . Pour $\text{SL2-30}_{\text{SL2}}$, la teneur en CO_2 a été réduite de 19 % par rapport au béton de référence à base de SL2. Il est important de noter que malgré la légère différence constatée, les valeurs mesurées sont comparables et restent faibles (< 1,5%) pour tous les mélanges conçus. Ceci est certainement dû à la microstructure ultra-dense des matrices BUHP développées. Les observations microscopiques montrent des quantités significatives de LHF anhydre. Ceci permet de limiter la consommation de Portlandite et d'obtenir une basicité similaire pour, en améliorant la tortuosité. Il est important de rappeler que la réaction de carbonatation dépend fortement de la composition du liant et, par conséquent, de sa teneur en eau. Cela signifie que l'accessibilité des cristaux de Portlandite au CO_2 est contrôlée par l'humidité relative (HR).

6.3.3. Diffusion des ions chlore

Après au moins 9 mois d'hydratation, lorsque le développement de la microstructure est certainement stable, des échantillons de 2,5 cm d'épaisseur sont saturés et soumis à un essai accéléré de diffusion des ions chlore. À la fin de la période d'exposition de deux mois, les échantillons ont été retirés des cellules. Chaque éprouvette de BUHP a ensuite été divisée en deux sections et pulvérisée avec une solution d' AgNO_3 (0,05 M) afin de déterminer la profondeur de pénétration du chlorure. Il convient de noter que le changement de couleur de la surface du béton pulvérisé indique la pénétration du chlorure. Une couleur blanche à grise indique la présence de chlorures, tandis qu'une couleur brun clair indique l'absence de chlorures. La profondeur a été mesurée à un minimum de cinq endroits différents de l'échantillon et les valeurs moyennes ont été enregistrées. Enfin, le coefficient de diffusion apparent des ions chlorure (D_{app}) a été calculé conformément à la norme française XP P18-462 [XP P18-462, 2022]. Les résultats obtenus pour tous les mélanges de BUHP étudiés sont donnés dans le **Tableau 6.3**.

Tableau 6.3 : Coefficients de diffusion apparent des différents BUHP.

Désignation du mélange	Période d'exposition (jours)	Épaisseur de l'échantillon (cm)	Profondeur de pénétration des chlorures (mm)	Coefficient de diffusion $\times 10^{-14}$ (m ² /s)
Ref _{SF}	60	2,6	7,5	3,05
SL1-30 _{SF}	61	2,6	2,5	0,89
SL1-50 _{SF}	61	2,5	3,1	1,07
SL2-30 _{SF}	60	2,7	3,1	1,18
SL2-50 _{SF}	60	2,5	1,3	0,42
Ref _{SL2}	60	2,6	7,5	2,84
SL1-30 _{SL2}	60	2,5	6,8	2,54
SL2-30 _{SL2}	60	2,5	6,5	2,41

Bien que les échantillons aient été exposés à une solution de chlorure pendant 2 mois, à une différence de potentiel de 30 V, la profondeur de pénétration des ions chlorure s'est avérée inférieure à 8 mm pour tous les bétons étudiés. Par conséquent, les coefficients de diffusion apparents du chlorure calculés sont faibles pour tous les mélanges de BUHP. Les valeurs obtenues répondent aux exigences de la norme française XP P18-462 [XP P18-462, 2022] qui définit une valeur maximale du coefficient de diffusion apparent du chlorure de $0,5 \times 10^{-12}$ m²/s pour les BFUP. Comme le montre le **Tableau 6.3**, un coefficient de diffusion de $3,05 \times 10^{-14}$ m²/s a été enregistré pour la formule de référence à base de FS (Ref_{SF}). Cette valeur représente le coefficient de diffusion le plus élevé. La substitution complète de la fumée de silice par du laitier superfine pour le mélange Ref_{SL2} résulte en un coefficient de diffusion presque identique à celui du mélange Ref_{SF}. Ce résultat confirme qu'à long terme, le béton à base de laitier superfine présente un comportement similaire à celui du mélange à base de FS. Ceci peut être attribué au fait que les deux mélanges de référence ont une microstructure ultra-dense avec une porosité relativement réduite, comme le montrent les tests de porosité (PIM et PAE).

L'incorporation du laitier, en substitution partielle du ciment, réduit les coefficients de diffusion apparents du chlorure. Les résultats des essais montrent que tous les bétons avec du LHF (SL1 ou/et SL2) ont des coefficients de diffusion des chlorures plus faibles que Ref_{SF}. Ces résultats sont en accord avec ceux d'Abdulkareem [Abdulkareem, 2017], qui a constaté que les coefficients de diffusion apparents pour les mélanges de BUHP à base de laitier sont inférieurs au mélange de référence. Dans ce travail, l'ajout de 30 % de SL1 (SL1-30_{SF}) entraîne une réduction de 70,8 % du coefficient de diffusion par rapport au mélange Ref_{SF}. En raison de sa finesse légèrement supérieure à celle du ciment, une faible teneur en laitier ordinaire (30 %) peut remplir efficacement les vides entre les particules plus grossières, réduisant ainsi la porosité totale et l'interconnectivité des pores et améliorant la résistance à la pénétration des chlorures [Ben Fraj et al., 2012]. Pour SL1-50_{SF} et malgré l'augmentation de la teneur en laitier, le coefficient de diffusion est de $1,07 \times 10^{-14}$ m²/s, qui est inférieur à celui du Ref_{SF} mais légèrement supérieur à celui du SL1-30_{SF}. Cette observation signifie qu'en raison de la teneur élevée en particules de laitier d'une finesse comparable à celle du ciment, les vides et les pores capillaires ne sont pas remplis efficacement comme dans le cas d'une faible teneur en laitier. On peut en conclure que le mélange SL1-30_{SF} peut être considéré comme plus optimal en termes de remplissage que le mélange contenant une proportion élevée de laitier ordinaire.

Le remplacement partiel du ciment par 30 % de SL2 entraîne une réduction du coefficient de diffusion apparent ($1,18 \times 10^{-14}$ m²/s pour SL2-30_{SF} vs. $3,05 \times 10^{-14}$ m²/s pour Ref_{SF}). L'effet du SL2 est plus visible à un taux de substitution de 50 %. Le mélange SL2-50_{SF} présente la valeur la plus faible du coefficient de diffusion du chlorure, soit $0,42 \times 10^{-14}$ m²/s. Il est connu que la diffusion des chlorures dans les BUHP est contrôlée par la distribution de la taille des pores. La variation du coefficient de diffusion est attribuée à la géométrie du réseau poreux, comme la tortuosité et la constriction, qui peuvent être différentes même si la porosité est relativement identique [Park et al., 2017 ; Saeki et al.,

2006]. Les résultats de la PIM ont montré que la finesse du laitier a un effet positif sur l'évolution de la structure des pores en réduisant la taille critique des pores, c'est-à-dire en affinant la porosité. À un âge avancé, la porosité du SL2-50_{SF} est principalement composée de pores formés dans les hydrates. En outre, la porosité totale du SL2-50_{SF} est inférieure à celle du SL2-30_{SF}. Cela confirme la meilleure résistance à la pénétration des chlorures du mélange contenant une proportion élevée de laitier superfin. Selon Saeki *et al.* [Saeki *et al.*, 2006], la surface spécifique peut être considérée comme un indice des caractéristiques géométriques des pores. La surface spécifique du système de pores augmente avec la complexité de la géométrie des pores et le nombre de pores fins. Les ions présents dans ces pores fins sont susceptibles d'être influencés par l'impact de la charge de surface des pores en raison de la distance limitée entre les ions et la surface des pores.

Lorsque la FS est complètement remplacée par le SL2, SL1-30_{SL2} et SL2-30_{SL2} ont presque le même coefficient de diffusion apparent. Ce résultat est en accord avec ceux du test de PIM. Dans ce cas, l'absence de particules de FS entraîne une augmentation du coefficient de diffusion. Par exemple, SL1-30_{SL2} a une valeur de coefficient de diffusion de $2,54 \times 10^{-14}$ m²/s contre $0,89 \times 10^{-14}$ m²/s pour SL1-30_{SF}. La même tendance est observée lorsque 30 % de SL2 sont incorporés. Ceci indique le rôle bénéfique de l'effet combiné de la FS et des particules de laitier dans l'amélioration de la résistance à la pénétration des ions chlore. Les mesures mettent en évidence un double effet de la présence de particules fines : un effet de remplissage dû à leur grande finesse et un effet pouzzolanique dû à la formation d'hydrates supplémentaires qui permettent d'affiner la structure des pores et enfin de réduire le coefficient de diffusion.

En conclusion, on peut affirmer que l'incorporation de laitiers entraîne une réduction du coefficient de diffusion des chlorures, indépendamment du dosage et de la finesse. Il est important de noter que bien qu'il y ait une différence entre les valeurs mesurées, les résultats restent comparables. Les faibles valeurs des coefficients de diffusion démontrent la microstructure ultra-dense des différents mélanges conçus, ce qui indique la haute résistance de ces bétons dans des environnements agressifs. L'effet bénéfique du laitier est attribué non seulement à son rôle physique de remplissage des vides, mais aussi à ses propriétés hydrauliques et pouzzolaniques, qui permettent la formation d'un gel de C-S-H. Ce dernier peut remplir les pores capillaires et diminuer le diamètre critique des pores, considéré comme un indice de porosité. La présence de particules plus fines modifie la structure des pores dans les mélanges de BUHP à base de laitier et réduit le diamètre critique des pores. Il en résulte une diminution du coefficient de diffusion des chlorures. Un autre facteur pouvant expliquer la réduction des coefficients de diffusion dans les mélanges à base de laitier est l'interaction entre le chlorure et la matrice du béton. Selon des précédentes études [Ben Fraj *et al.*, 2012 ; Park *et al.*, 2017], la substitution partielle du ciment par du LHF augmente la capacité de fixation des ions chlore. Cette augmentation peut être attribuée à la teneur élevée en alumine du laitier. Ceci explique le faible coefficient de diffusion des matrices à base de laitier par rapport au mélange de référence. En plus, les bétons contenant des LHF ont une forte proportion de nanopores d'un diamètre inférieur à 10 nm. Ce dernier est considéré comme le diamètre seuil pour la diffusion des chlorures [Takahachi *et Ishida*, 2016].

6.4. Conclusion

Ce dernier chapitre de la thèse traite de l'impact de la finesse et du dosage du laitier sur les propriétés microstructurales et de durabilité des BUHP. Dans ce travail expérimental, l'état de la microstructure est étudié à 3 et 90 jours, à l'aide des analyses DRX pour identifier les différentes phases présentes dans les matrices. Ces analyses sont corrélées avec les observations MEB et MET et l'évaluation de la porosité au mercure.

Les résultats du travail mené ont montré qu'en raison de leur faible rapport E/L et de la présence d'une variété d'ajouts minéraux dans leurs matrices, les BUHP conçus se caractérisent par une microstructure homogène et dense, marquée par une densité d'empilement élevée et des pores plus fins. Les analyses DRX ont montré la présence de particules anhydres, même en cas de teneur élevée en laitier et à un âge plus avancé. Les observations au MEB ont également confirmé l'existence de particules anhydres (ciment et laitier). Les images au MET ont révélé la formation des C-S-H à la surface des particules de fumée de silice, indiquant l'effet des sites de nucléation des particules fines sur l'évolution de la microstructure des BUHP. La porosimétrie par intrusion de mercure a clairement montré l'effet bénéfique du laitier à haute finesse sur la structure des pores. Les résultats indiquent qu'une teneur en laitier superfin de 50 % entraîne une très faible porosité à long terme ($< 3\%$).

En ce qui concerne l'évolution des propriétés de durabilité, ce travail de recherche a été consacré à l'évaluation de certains indicateurs, à savoir la porosité accessible à l'eau, la carbonatation et la diffusion des ions chlore. Comme conséquence directe de la microstructure ultra-dense des différents mélanges étudiés, tous les bétons présentent une excellente durabilité. En effet, tous les mélanges testés présentent une faible porosité à l'eau ($< 5\%$), des pourcentages de pénétration de CO_2 très faibles ($< 1,5\%$) mais aussi des coefficients de diffusion apparents des ions chlore extrêmement bas. Les faibles coefficients de diffusion suggèrent une possible réhydratation des particules anhydres, présentes en grande portion dans les BUHP, et une forte interaction matrice/ chlorures. Pour tous ces paramètres, le mélange à forte teneur en laitier superfin présente toujours les valeurs les plus basses, ce qui confirme le double effet des particules fines dans la matrice : effet physique de remplissage des vides et effet pouzzolanique par la production d'hydrates supplémentaires participant à l'amélioration des performances à long terme des BUHP.

Références

- [Abdulkareem *et al.*, 2018 (a)] O.M. Abdulkareem, A.Ben Fraj, M. Bouasker, A. Khelidj, Mixture design and early age investigations of more sustainable UHPC, *Constr. Build. Mater.* 163 (2018) 235–246.
- [Abdulkareem *et al.*, 2018 (b)] O.M. Abdulkareem, A.Ben Fraj, M. Bouasker, A. Khelidj, Effect of chemical and thermal activation on the microstructural and mechanical properties of more sustainable UHPC, *Constr. Build. Mater.* 169 (2018) 567–577.
- [Abdulkareem *et al.*, 2021] O.M. Abdulkareem, A.Ben Fraj, M. Bouasker, L. Khouchaf, A. Khelidj, Microstructural investigation of slag-blended UHPC: The effects of slag content and chemical/thermal activation, *Constr. Build. Mater.* 292 (2021) 123455.
- [Abdulkareem, 2017] O.M. Abdulkareem, Microstructure and Durability Properties of Environmentally Friendly Ultra-High Performance Concrete (UHPC), Doctoral Thesis, 2017.
- [Ahmed *et al.*, 2021] T. Ahmed, M. Elchalakani, A. Karrech, M.S. Mohamed Ali, L. Guo, Development of ECO-UHPC with very-low-C3A cement and ground granulated blast-furnace slag, *Constr. Build. Mater.* 284 (2021) 122787.
- [Bahmani et Mostofinejad, 2022] H. Bahmani, D. Mostofinejad, Microstructure of ultra-high-performance concrete (UHPC) – A review study, *Journal of Building Engineering* 50 (2022) 104118.
- [Ben Fraj *et al.*, 2012] A. Ben Fraj, S. Bonnet, A. Khelidj, New approach for coupled chloride/moisture transport in non-saturated concrete with and without slag, *Constr. Build. Mater.* 35 (2012) 761–771.
- [Chen *et al.*, 2022] B. Chen, L. Pang, Z. Zhou, Q. Chang, P. Fu, Study on the hydration properties of a ternary cementitious material system containing activated gold tailings and granulated blast furnace slag, *Journal of Building Engineering* 63 (2023) 105574.
- [Elrahman et Hillemeier, 2014] M.A. Elrahman, B. Hillemeier, Combined effect of fine fly ash and packing density on the properties of high performance concrete: an experimental approach, *Constr. Build. Mater.* 58 (2014) 225–233.
- [Famy *et al.*, 2002] C. Famy, K.L. Scrivenerb, A.K. Crumbie, What causes differences of C-S-H gel grey levels in backscattered electron images? *Cem. Concr. Res.* 32 (2002) 1465 – 1471.
- [Han *et al.*, 2022] Y. Han, R. Lin, X.-Y. Wang, Carbon conversion technology for performance improvement and environmental benefits of ultrahigh-performance concrete containing slag, *Journal of material research and technology*, 21 (2022) 2571–2583.
- [He *et al.*, 2018] Z.-h. He, S.-g. Du, D. Chen, Microstructure of ultra high performance concrete containing lithium slag, *Journal of Hazardous Materials* 353 (2018) 35–43.
- [Li *et al.*, 2021 (a)] Y. Li, T. Mi, W. Liu, Z. Dong, B. Dong, L. Tang, F. Xing, Chemical and mineralogical characteristics of carbonated and uncarbonated cement pastes subjected to high temperatures. *Compos B Eng* 216 (2021) 108861.
- [Li *et al.*, 2021 (b)] G. Li, H. Tan, J. Zhang, X. Deng, X. Liu, Z. Luo, Ground granulated blast furnace slag/fly ash blends activated by sodium carbonate at ambient temperature, *Constr. Build. Mater.* 291 (2021) 123378.
- [Liu *et al.*, 2015] X. Liu, H. Du, M.H. Zhang, A model to estimate the durability performance of both normal and light-weight concrete, *Constr. Build. Mater.* 80 (2015) 255– 261.
- [Liu *et al.*, 2015] X. Liu, H. Du, M.H. Zhang, A model to estimate the durability performance of both normal and light-weight concrete, *Constr. Build. Mater.* 80 (2015) 255– 261.
- [Liu *et al.*, 2018] Z. Liu, S. El-Tawil, W. Hansen, F. Wang, Effect of slag cement on the properties of ultra-high performance concrete. *Constr. Build. Mater.* 190 (2018) 830–837.
- [Loukili *et al.*, 1999] A. Loukili, A. Khelidj, P. Richard, Hydration kinetics, change of relative humidity, and autogenous shrinkage of ultra-high-strength concrete, *Cem. Concr. Res.* 29 (1999) 577–584.
- [Mosavinejad *et al.*, 2020] S.H.G. Mosavinejad, M.A.M. Langaroudi, J. Barandoust, A. Ghanizadeh, Electrical and microstructural analysis of UHPC containing short PVA fibers, *Constr. Build. Mater.* 235 (2020) 117448.
- [Mounanga *et al.*, 2012] P. Mounanga, K. Cherkaoui, A. Khelidj, M. Courtial, M.-N. de Noirfontaine, F. Dunstetter, Extrudable reactive powder concretes hydration, shrinkage and transfer properties, *Eur. J. Environ. Civ. Eng.* 16 (2012) 99–114.
- [NF P18-470, 2016] NF P18-470 Concrete-Ultra-high performance fiber-reinforced concrete-Specifications, performance, production and conformity, 2016, French standard.
- [Park *et al.*, 2017] K.-B. Park, H.-S. Lee, X.-Y. Wang, Prediction of Time-dependent chloride diffusion coefficients for slag-blended concrete. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2017 (2017) 1–10.
- [Resplendino et Petitjean, 2003] J. Resplendino, J. Petitjean, Ultra-high-performance concrete: First recommendations and examples of application, *Proceedings of the Third International Symposium on High Performance Concrete*, Orlando, FL, 19–22 October 2003, 18 p.
- [Saeki *et al.*, 2006] T. Saeki, K. Shinada, K. Sasaki, Chloride ions diffusivity and micro-structure of concrete madewith mineral admixtures. *Proceedings of the Concrete Life-International RILEM-JCI Seminar on Concrete Durability and Service Life*, 2006.
- [Sakai *et al.*, 2010] E. Sakai, T. Sugiyama, T. Saito, M. Daimon, Mechanical properties and micro-structures of calcium aluminate based ultra high strength cement, *Cement Concr. Res.* 40 (2010) 966–970.

- [[Son et al., 2019](#)] H.M. Son, S. Park, H.Y. Kim, J.H. Seo, H.K. Lee, Effect of CaSO₄ on hydration and phase conversion of calcium aluminate cement. *Construct. Build. Mater.* 224 (2019) 40–47.
- [[Suda et al., 2015](#)] Y. Suda, T. Saeki, T. Saito, Relation between Chemical Composition and Physical Properties of C-S-H Generated from Cementitious Materials, *Journal of Advanced Concrete Technology*, 13 (2015) 275–290.
- [[Takahashi et Ishida, 2016](#)] Y. Takahashi, T. Ishida, Modeling of chloride transport resistance in cement hydrates by focusing on nanopores. *Jour Adv Concr Technol.* 14 (2016) 728–738.
- [[Wang et al., 2019](#)] X. Wang, R. Yu, Q. Song, Z. Shui, Z. Liu, S. Wu, D. Hou, Optimized design of ultra-high performance concrete (UHPC) with a high wet packing density, *Cem. Concr. Res.* 126 (2019) 105921.
- [[Wu et al., 2016](#)] Z. Wu, C. Shi, K.H. Khayat, Influence of silica fume content on microstructure development and bond to steel fiber in ultra-high strength cement-based materials (UHSC), *Cem. Concr. Compos.* 71 (2016) 97–109.
- [[XP P18-462, 2022](#)] XP P18-462: Testing hardened concrete – Chloride ions migration accelerated test in non-steady-state conditions – Determining the apparent chloride ions diffusion coefficient, 2022.
- [[Yalçinkaya et Çopuroğlu, 2021](#)] Ç. Yalçinkaya, O. Çopuroğlu, Hydration heat, strength and microstructure characteristics of UHPC containing blast furnace slag, *Journal of Building Engineering* 34 (2021) 101915.
- [[Zhang et al., 2011](#)] T. Zhang, Q. Yu, J. Wei, P. Zhang, A new gap-graded particle size distribution and resulting consequences on properties of blended cement, *Cem. Concr. Compos.* 33 (2011) 543–550.

CONCLUSION GÉNÉRALE

Conclusion générale

Les BFUP ont été développés pour répondre aux besoins des projets de construction nécessitant des performances supérieures à celles des bétons ordinaires. Les propriétés mécaniques et la durabilité de ces matériaux à matrice cimentaire étant nettement supérieures à celles des BO et des BHP, ils ont suscité une attention et un intérêt considérables dans le monde entier. En considérant la performance comme une unité fonctionnelle, l'utilisation des BFUP dans les éléments structurels pourrait faire partie d'une stratégie d'optimisation structurelle, environnementale et économique. Cependant, avec la tendance vers une construction écologique ces dernières années, tous les secteurs sont concernés par la prise de conscience écologique, notamment l'industrie du ciment. Cette dernière est soumise à des exigences de plus en plus strictes en matière de protection de l'environnement. Pour relever ce défi majeur, il est d'une grande importance de réduire la teneur en clinker dans le BFUP. L'utilisation des laitiers des hauts fourneaux en substitution partielle du ciment pourrait être un moyen efficace pour réduire davantage l'empreinte carbone des BFUP. C'est dans ce contexte que ce travail de recherche est réalisé.

L'objectif principal de cette thèse est de développer des formulations de BUHP à plus faible empreinte carbone en remplaçant partiellement le ciment par des laitiers des hauts fourneaux (LHF) sans introduire de traitement (chimique ou thermique). Un laitier superfin est utilisé pour accélérer l'hydratation et le développement de la résistance des BUHP à base des laitiers. Pour étudier le comportement à court et long termes des BUHP conçus, notre travail de thèse s'est articulé autour de trois principaux axes, répondant aux trois questions suivantes :

- Quel impact de la finesse et du dosage du laitier sur les propriétés au jeune âge des BUHP, notamment le retrait ?
- Quel impact de la finesse et du dosage du laitier sur les propriétés mécaniques (la compression et la traction par fendage), l'empreinte carbone et le coût des BUHP ?
- Quel impact de la finesse et du dosage du laitier sur le développement de la microstructure et sur la durabilité des BUHP ?

Afin de répondre à ces questions, une part de nos travaux a été consacrée à la mise au point et l'optimisation de formulations de BUHP avec différents dosages (30 et 50 %) de LHF de deux finesses différentes (420 m²/kg pour SL1 et 700 m²/kg pour SL2). Le BUHP contient généralement de la fumée de silice (FS) en proportion significative (25 %), alors que ce produit est très cher, ce qui augmente le coût de production du BUHP. C'est pourquoi nous avons réduit la teneur en FS dans nos compositions (9 %). Cela permet non seulement de réduire l'empreinte carbone et le coût global, mais aussi d'utiliser des quantités plus importantes de LHF. Nous sommes partis d'une matrice non fibrée. Le quartz broyé a été utilisé comme substitut partiel de la FS. La substitution complète de la FS par du laitier superfin (SL2) a également été étudiée dans ce travail. Nous avons fait varier le dosage du superplastifiant (SP) afin d'obtenir le même étalement (350 ± 2 mm) pour tous les mélanges conçus. Un malaxeur à haute énergie de malaxage (Eirich) a été utilisé pour obtenir un mélange homogène avec une maniabilité optimale après seulement 4,5 minutes. Le rapport Eau/Liant (E/L) de 0,16 a été maintenu constant pour toutes les formulations. Une campagne expérimentale riche sur huit formulations a été menée pour une étude approfondie du comportement à court et long termes des BUHP. Les chapitres de cette thèse retracent les différentes étapes qui ont permis d'atteindre les objectifs fixés.

Les analyses des résultats obtenus ont permis de tirer les conclusions suivantes :

- ✓ *Propriétés à l'état frais et au jeune âge*

- La substitution de 30 % du ciment par du laitier (SL1 ou SL2) réduit le dosage du SP dans les mélanges de BUHP. À faible dosage, le LHF améliore la maniabilité, accélère le temps de prise et favorise le processus d'hydratation du ciment grâce à la réduction de la teneur en SP et à l'effet de nucléation. Cet impact se traduit par une augmentation de la chaleur de réaction. L'augmentation de la finesse du laitier résulte en une réduction plus importante de la teneur en SP et certainement une augmentation du nombre de sites de nucléation. Ainsi, un effet d'accélération est plus visible avec 30 % de laitier superfin.
- Pour un taux élevé de laitier ordinaire (50 %), l'effet lubrifiant de SL1 et l'effet fluidifiant de SP semblent être atténués par la demande en eau des particules de laitier. Dans ce cas, une augmentation de la teneur en SP a été nécessaire pour obtenir la même maniabilité que la formule de référence. Ceci retarde l'hydratation du ciment et prolonge les temps de prise. L'incorporation de 50 % de SL2 améliore la maniabilité du mélange par l'effet lubrifiant des particules super fines. L'effet bénéfique d'une haute finesse tend à accélérer les temps de prise et la réaction d'hydratation.
- Le remplacement de 30 % du ciment par du laitier ordinaire (SL1) entraîne une légère diminution du retrait chimique et endogène, en raison de sa plus faible réactivité. Le retrait le plus prononcé a été observé, plus clairement, dans les mélanges contenant 30 % de laitier superfin. Comme indiqué, l'augmentation de la finesse du laitier favorise le processus d'hydratation, ce qui tend à accélérer l'évolution des contractions chimiques et endogènes. Le retrait endogène plus élevé des mélanges à base de laitier superfin peut s'expliquer par la finesse plus importante du laitier, le retrait chimique plus élevé et le module d'Young plus faible de la matrice laitier-ciment au jeune âge. Une autre raison de la déformation élevée de la matrice à base de SL2 est la distribution plus fine des pores, qui augmente la dépression capillaire, conduisant ainsi à un retrait plus prononcé et, par conséquent, à un risque de fissuration plus élevé.
- Un taux de substitution élevé (50 %) par SL2 ne présente pas d'effet significatif sur la contraction chimique, par rapport à un taux de 30 %. Par contre, 50 % de SL2 modifie significativement l'évolution du retrait endogène.

Il convient de rappeler ici que l'étude est menée sur des matrices non fibrées avec un très faible rapport E/L. Il est donc évident que les mesures de déformation dès les premières minutes après le malaxage sont très élevées, comparées aux résultats de la littérature, dont le suivi du retrait est effectué, dans la plupart des cas, 24 heures après le coulage.

✓ *Propriétés mécaniques*

Du point de vue des propriétés mécaniques, à l'exception du mélange contenant 50 % de laitier ordinaire, tous les mélanges conçus présentent une résistance à la compression à 28 jours supérieure à 130 MPa, sans aucun traitement supplémentaire. Une résistance à la traction par fendage supérieure à 6 MPa a été obtenue pour tous les mélanges, y compris le béton à base de 50 % de SL1. Ces résultats répondent aux exigences de la norme. La substitution complète de la fumée de silice par du laitier superfin permet d'obtenir des résistances mécaniques similaires, voire supérieures dans certains cas. Par exemple, en remplaçant la FS par du SL2, le béton incorporant 30 % de SL2 présente la résistance la plus élevée (une résistance à la compression de 151 MPa et une résistance à la traction par fendage de 9 MPa à 28 jours). Cette amélioration des propriétés mécaniques est attribuée aux effets physiques (remplissage des pores et amélioration de la compacité) et aux réactions hydrauliques et pouzzolaniques des particules super fines.

✓ *Propriétés microstructurales et de durabilité*

Les analyses thermogravimétriques ont montré des faibles quantités d'eau liée et de Portlandite pour tous les mélanges. Ces mesures confirment le faible taux d'hydratation des BUHP. En raison de la teneur élevée en ciment et du rapport E/L extrêmement faible, une proportion élevée de ciment anhydre a été détectée dans les matrices par les analyses DRX et les observations microscopiques, même à un âge avancé et avec un dosage élevé de laitier. Les analyses au MEB ont également révélé la présence de particules de laitier anhydre. Il est intéressant de souligner que les particules anhydres jouent le même rôle que le squelette granulaire du matériau à base de ciment et participent ainsi à l'amélioration de la compacité des mélanges et à la densification de leur microstructure. En conséquence, les résistances mécaniques et les propriétés de durabilité sont améliorées. Les observations au MET ont mis en évidence l'effet de nucléation des particules fines (FS et LHF). Une quantité plus importante de gel C-S-H s'est formée autour des particules fines, indiquant l'effet de nucléation de ces ajouts minéraux. Ces observations ont également mis en évidence la réactivité, même partielle (en surface), de la fumée de silice et du laitier, malgré le faible rapport E/L.

Le test de porosimétrie au mercure confirme que la présence de particules de laitier (SL1 et/ou SL2) entraîne une réduction de la porosité et modifie la distribution de la taille des pores en affinant le réseau poreux, ce qui améliore la résistance des BUHP aux agents agressifs. Les BUHP à base de laitier ont un réseau poreux plus fin et une forte capacité de fixation, ce qui diminue leurs propriétés de transfert. L'évaluation de certains indicateurs de durabilité montre que tous les mélanges étudiés ont une porosité à l'eau extrêmement faible ($< 5\%$) et que leurs matrices sont pratiquement imperméables au dioxyde de carbone et aux chlorures. En raison de sa grande finesse et de sa réactivité relativement élevée, le laitier superfin confère au béton une durabilité supérieure lorsqu'il est incorporé à une teneur élevée (50 %).

✓ *Empreinte carbone et analyse des coûts*

D'un point de vue environnemental, l'évaluation des émissions de CO_2 des différentes formules par unité de volume (1 m^3) a montré que le remplacement du ciment Portland par du laitier entraîne une réduction de l'empreinte carbone et que plus la teneur en laitier augmente, plus les émissions de CO_2 sont faibles. L'augmentation de la finesse du laitier n'a pas d'effet significatif sur les émissions de carbone. En effet, les émissions associées à un broyage plus fin peuvent être compensées par la réduction de la demande en SP. Le mélange à base de 50 % de SL2 s'est avéré avoir l'indice de dioxyde de carbone le plus faible (environ $4,15\text{ kg/m}^3/\text{MPa}$). Cependant, ce mélange a un coût total dépassant de 26 % celui du mélange de référence à base de FS. Le mélange contenant 30 % de SL1 et de SL2 au lieu de la FS (SL1-30_{SL2}) avait le coût le plus bas (341 €/m^3) et une empreinte carbone plus faible que le béton de référence ($-27,7\%$) avec une résistance à la compression améliorée d'environ 138 MPa à 28 jours.

Pour résumer, ce travail de recherche a montré les performances exceptionnelles (résistance et durabilité) des BUHP à base de LHF à long terme. L'utilisation du laitier, en substitution partielle du ciment, réduit l'empreinte carbone de cette génération des matériaux à matrice cimentaire car sa production nécessite moins d'énergie que celle du clinker. De plus, le BUHP peut être produit localement, ce qui réduit les coûts et les émissions liés aux transports. Il est donc important de prendre en compte tous les facteurs avant de porter un jugement sur le coût et l'impact environnemental des BUHP. Bien qu'il puisse sembler coûteux et peu respectueux de l'environnement à première vue, ses performances à long terme peuvent en faire un choix plus économique et écologique que d'autres options de construction.

Afin de prendre en compte tous les indicateurs à l'exception du retrait, une synthèse de tous les résultats a été établie pour toutes les formules conçues. Une représentation schématique est illustrée sur les **Figures 1 et 2**.

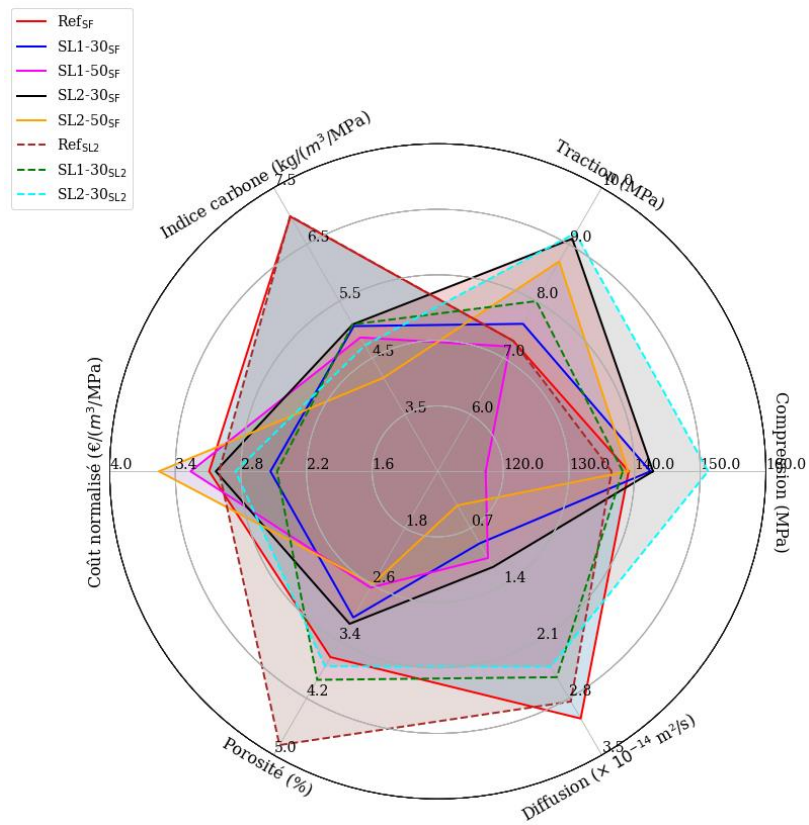


Figure 1 : Bilan des propriétés de toutes les formules étudiées.

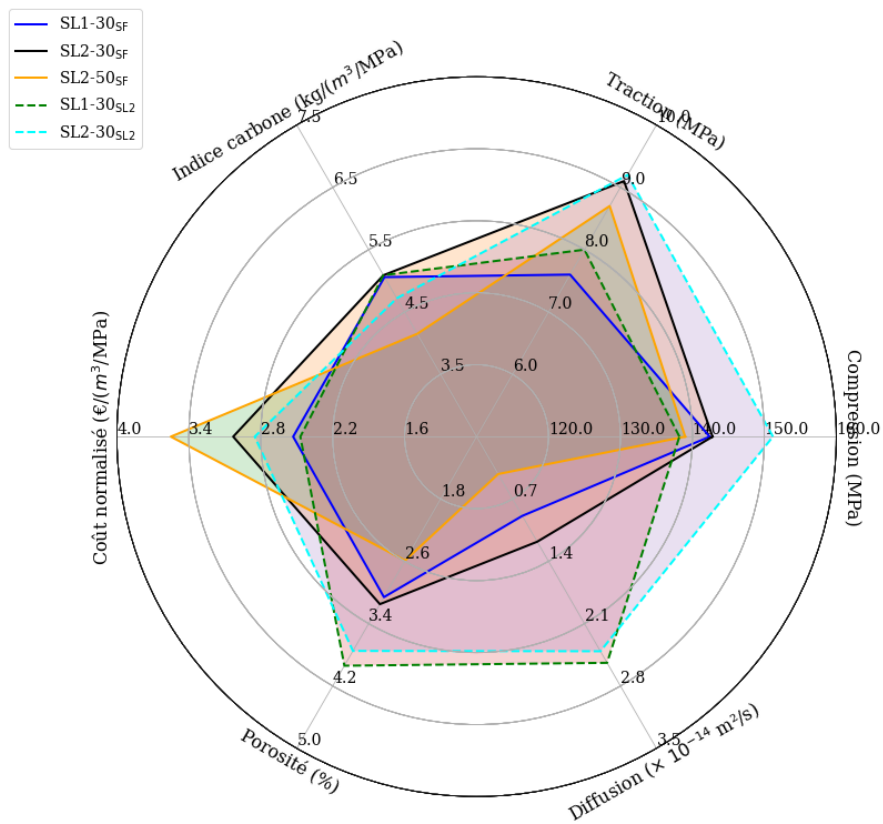


Figure 2 : Mélanges répondant aux critères de performance avec des faibles indices carbone.

Le principal résultat de cette étude est, bien évidemment, d'avoir démontré la possibilité de concevoir des BUHP à plus faible empreinte carbone en remplaçant partiellement le ciment par des laitiers de hauts fourneaux (LHF). À l'exception du mélange contenant 50 % de laitier classique, les BUHP développés répondent aux différentes exigences de performance (résistance et durabilité). En considérant la performance (résistance à la compression ou durabilité) comme une unité fonctionnelle, les BUHP peuvent offrir des avantages économiques et environnementaux. Les deux formules de référence ont les empreintes carbone les plus élevées. Ainsi, si l'on considère la résistance à la compression et l'indice carbone, trois formules sont à écarter : le mélange à base de 50 % de laitier ordinaire dont la résistance à la compression est inférieure à 130 MPa, et les deux mélanges de référence dont l'empreinte carbone est la plus importante. Nous pourrions donc nous limiter à cinq formules à base de laitier (**Figure 2**).

Il est important de noter que les hautes performances des BUHP permettent de réaliser des structures plus fines et plus élancées avec une réduction significative du volume du matériau. En outre, ce matériau prometteur offre un gain important en termes de durabilité, légèreté, économie globale de matière. Grâce à l'excellente durabilité des BUHP, la durée de vie des structures sera améliorée et les coûts de maintenance seront considérablement réduits. Il est donc évident qu'une vision globale est nécessaire, depuis la phase de conception et de construction jusqu'à la phase de service de la structure, afin d'établir un bilan économique et environnemental aussi objectif et précis que possible, qui ne se limite pas seulement au prix et aux émissions des matériaux.

Toutefois, avant d'envisager une utilisation des bétons développés dans le cadre de cette thèse, il nous semble important de compléter nos recherches par d'autres investigations, permettant ainsi de répondre à toutes les questions que l'on pourrait soulever lors de la conception d'un ouvrage à base des BFUP.

Perspectives

Il est envisagé de traiter à court et moyen termes les points suivants :

Les observations microscopiques ont montré la présence d'une quantité importante de laitier anhydre, qui agit comme un filler. Il serait donc intéressant d'optimiser davantage les formulations à base de laitier et d'étudier la possibilité de combiner laitier et filler calcaire afin de réduire encore plus les émissions de CO₂ et les coûts de production, tout en préservant les ressources.

Au très jeune âge, nous avons observé que les BUHP à base de laitier superfin, surtout à un dosage de 30 %, sont marqués par un retrait endogène prononcé. L'étude expérimentale s'est limitée à des matrices non fibrées pour pouvoir évaluer les propriétés de durabilité, en particulier la diffusion des chlorures. Par ailleurs il serait intéressant d'explorer l'impact des fibres d'acier sur ces propriétés. Outre leur effet sur les propriétés mécaniques, les fibres d'acier peuvent être utilisées comme d'excellents additifs pour contrôler les ouvertures des fissures.

Dans la pratique, les déformations endogènes du béton sont souvent gênées, par des coffrages, des armatures ou, dans le cas d'une réparation (ou étanchéité), par le support du béton mature. La rigidité de ces éléments restrictifs est beaucoup plus importante que celle du matériau jeune, et empêche la matrice de se déformer librement pendant l'hydratation. Ces déformations localement empêchées peuvent développer des microfissures dans la phase hydratée de la matrice cimentaire, amplifiant ainsi le retrait endogène. Il est donc nécessaire d'intégrer cet aspect à une étude future sur les mécanismes de fissuration précoce. Le risque de fissuration des différentes formulations pourrait donc être étudié à l'aide de l'essai à l'anneau de fissuration (retrait empêché).

Outre le retrait, nous souhaitons étudier le comportement structurel de quelques formules fibrées. Il s'agit de fabriquer des poutres et de les soumettre à un essai de flexion (3 ou 4 points) en suivant le

mode de fissuration. Des éprouvettes cylindriques seront également prélevées, afin de mesurer leur module d'Young et leur résistance à la compression, tout en suivant la courbe contrainte/ déformation. Des essais de durabilité, notamment de perméabilité au gaz, seront également réalisés afin d'établir une carte d'identité pour nos BFUP, en lien avec le référentiel actuel.

Des essais de fluage pourraient également être programmés à moyen terme, si les acteurs industriels (constructeurs) expriment le besoin et l'intérêt d'utiliser les formules développées dans le cadre de ce travail.

ANNEXES

Annexes

Annexe 1 : Données techniques sur les matières premières

Liste des figures

Figure 1 : Fiche technique du ciment CEM I 52,5 N – SR 5 CE PM-CP2 NF.	217
Figure 2 : Fiche technique du Sable de quartz CV32.	218
Figure 3 : Fiche technique de la fumée de silice S95 B DM.	219
Figure 4 : Fiche technique du laitier ordinaire (SL1).	220
Figure 5 : Fiche technique du laitier superfin (SL2).	221
Figure 6 : Fiche technique du quartz concassé C500.	222
Figure 7 : Fiche technique du superplastifiant Sika Viscocrete Krono- 20 HE.....	223

Cette section liste les fiches techniques des différents matériaux utilisés dans nos formulations :

- Ciment : CEM I 52,5 N – SR 5 CE PM-CP2 NF (Holcim)
- Sable de quartz : CV32 (Sibelco)
- Fumée de silice : S95 B DM (Condensil)
- Laitier ordinaire (SL1) : finesse Blaine de 420 m²/kg (Ecocem)
- Laitier superfin (SL2) : finesse Blaine de 700 m²/kg (Ecocem)
- Quartz broyé : C500 (Sibelco)
- Superplastifiant : Sika Viscocrete Krono- 20 HE (Sika)

FICHE TECHNIQUE PRODUIT

CIMENT



USINE DU TEIL

CEM I 52,5 N - SR 5 CE PM-CP2 NF

Déclaration de
Performance n°
0333-CPR-1203

SERVICES EXCLUSIFS

Centre de Relation Clientèle :

0 825 888 057

Service 0,15 €/min
+ prix appel

NF EN 197-1 NF P 15-317 NF P 15-318



CARACTERISTIQUES PHYSIQUES ET MECANIQUES

	DP (min)	Stabilité (mm)	Résistances mécaniques (MPa)				MV (g/cm ³)	SSB (cm ² /g)	Demande en eau (%)	Q41 (J/g)	L*	
			1 jour	2 jours	7 jours	28 jours						
Val. moyenne	172	1	19,9	32,0	49,2	64,6	3,17	3630	26,5	297	64,1	
Val. garantie	> 60	< 5		> 18		> 50						

CARACTERISTIQUES CHIMIQUES

	Valeur moyenne	Valeur garantie		Valeur moyenne
SO ₃ (%)	2,2	≤ 2,5	Alcalins équivalents [Na ₂ O + 0,658 K ₂ O] (%)	0,2
Chlorures Cl- (%)	0,03	≤ 0,1	Alcalins actifs [suivant la norme NF P 18-454] (%)	0,2
Perte au feu 950°C (%)	1,5	≤ 3	Vc coefficient de variation des alcalins actifs	0,07
Insolubles (%)	0,35	≤ 0,75		
S-- (%)	0	≤ 0,2		

CONSTITUANTS PRINCIPAUX ET SECONDAIRES :

Clinker Portland LE TEIL	97,0%			Constituant secondaire	3,0%
C3S + C2S (%)	84			Calcaire	
CaO/SiO ₂	2,8			Fines de cuisson	
MgO (%)	0,8			Laitier de haut fourneau	
C3S (%)	67				
C2S (%)	17				
C3A (%)	4				
C4AF (%)	7				
				Total des constituants 100%	

AUTRES CONSTITUANTS

Gypse (%)	2,5
Agent de mouture AMA 32E - Teneur sous forme d'extrait sec (%)	0,04

LIVRAISON EN SAC



Date de révision : 05/01/2016

Les données figurant sur la présente fiche technique sont la propriété de Lafarge Ciments et ne peuvent être reproduites partiellement ou totalement sans notre autorisation préalable. Les résultats indiqués ne sont mentionnés qu'à titre purement indicatif, ils sont susceptibles de variation dans les limites des normes applicables et ne sauraient en conséquence engager la responsabilité de Lafarge Ciments. Les résultats de nos autocontrôles périodiques sont disponibles sur demande auprès de votre interlocuteur commercial habituel.

Figure 1 : Fiche technique du ciment CEM I 52,5 N – SR 5 CE PM-CP2 NF.

Composition chimique type

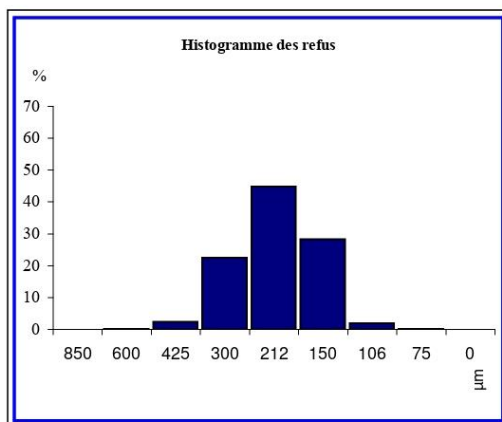
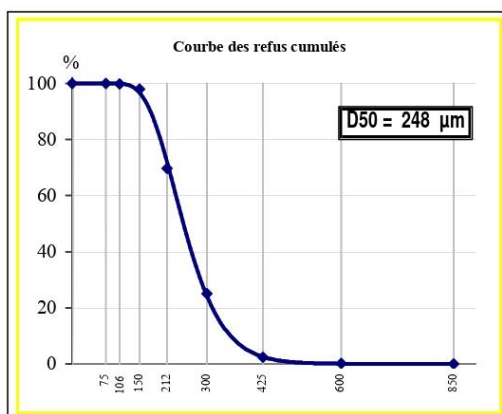
SiO ₂	sup. à	99.00 %
Fe ₂ O ₃	moy. à	0.026 %
Al ₂ O ₃	moy. à	0.494 %
TiO ₂	moy. à	0.017 %
CaO	moy. à	0.013 %
K ₂ O	moy. à	0.347 %

Caractéristiques physiques types

densité réelle (Pycnomètre)	2.65
dureté (Mohs)	7
pH	# 7
densité apparente sable sec ("Prolabo")	1.5
surface spécifique ("G F")	# 124 cm ² /g
coefficient d'angulosité ("G F")	1.1
perte au feu (à 1000°C)	Maxi 0.20%
résistance pyroscopique (SFC ISO R528) ..	1750 °C

GRANULOMETRIE MOYENNE STATISTIQUE

(% en masse - Valeurs indicatives)

TAMISAGE
ASTM E.11/70

ouverture des mailles µm	refus cumulés %
> 850 µm	0.0
> 600 µm	0.1
> 425 µm	2.4
> 300 µm	25.0
> 212 µm	69.8
> 150 µm	98.0
> 106 µm	99.9
> 75 µm	100.0
> 0 µm	100.0
AFA =	54.0

CORRESPONDANCE
Série R20 ISO 565

ouverture des mailles µm	refus cumulés %
> 2000 µm	0.0
> 1400 µm	0.0
> 1000 µm	0.0
> 630 µm	0.0
> 500 µm	0.5
> 315 µm	19.2
> 250 µm	48.9
> 180 µm	87.8
> 125 µm	99.4
> 63 µm	100.0
passee	0.0

Classe µm	refus par tamis %
> 850 µm	0.0
850-600 µm	0.1
600-425 µm	2.3
425-300 µm	22.5
300-212 µm	44.8
212-150 µm	28.2
150-106 µm	1.9
106-75 µm	0.1
Passant	0.0

Classe µm	refus par tamis %
> 2000 µm	0.0
2000-1400µm	0.0
1400-1000µm	0.0
1000 - 630µm	0.0
630 - 500 µm	0.5
500-315 µm	18.7
315 - 250 µm	29.6
250 - 180 µm	39.0
180 - 125 µm	11.5
125 - 63 µm	0.6
< 63 µm	0.0

particules < 20 µm : maxi 0.06 % sur sable lavé

SITE DE PRODUCTION DE CREPY
La Pierre aux Corbeaux - BP 70314SIEGE SOCIAL ET DIRECTION COMMERCIALE
141 Avenue de CLICHY 75848 PARIS Cedex 17

R41 - 2013-1

Figure 2 : Fiche technique du Sable de quartz CV32.

DONNEES TECHNIQUES		
EN 13263 – 1,2 : 2009*		Valeurs observées**
Densité apparente	$\approx 0.35 \pm 0.1$	0.37 ± 0.05
Densité réelle	2.24	
Surface spécifique BET (m ² /g)	Entre 15 et 35	25 $\pm$ 5
Teneur en SiO ₂	$\geq 85 \%$	95 % $\pm$ 3
Teneur en Si élémentaire	$\leq 0.4 \%$	0.3 % $\pm$ 0.1
Teneur en Na ₂ O équivalent	$\leq 1.0 \%$	0.08 % $\pm$ 0.04
Teneur en SO ₃	$\leq 2.0 \%$	0.06 % $\pm$ 0.03
Teneur en Cl ⁻	$\leq 0.1 \%$	0.02 % $\pm$ 0.01
Indice d'activité à 28 j	≥ 100	
Perte au feu	$\leq 4.0 \%$	0.6 % $\pm$ 0.02
Teneur CaO	$\leq 1.0 \%$	0.3 % $\pm$ 0.1
* Valeurs contractuelles		** Valeurs non contractuelles
CONDITIONS D'UTILISATION		
Consommation / Dosage	Le dosage peut être compris entre 5 à 10 % du poids du ciment. Le dosage le plus courant est de 8 % du poids du ciment.	
Mise en œuvre	■ CONDENSIL® S95 B DM doit être introduit avec le ciment. ■ Afin d'obtenir toutes les performances de CONDENSIL® S95 B DM, il est indispensable de défloculer complètement les micro-particules de silice. Pour cela, CONDENSIL® S95 B DM doit être systématiquement associé avec un superplastifiant, haut réducteur d'eau.	
Précautions d'emploi	■ L'emploi d'un masque est obligatoire lors de son utilisation ■ Fiche de données de sécurité fournie sur demande.	
Mentions légales	Produit réservé à un usage strictement professionnel. Nos produits bénéficient d'une assurance responsabilité civile. «Les informations sur la présente notice et, en particulier, les recommandations relatives à l'utilisation finale des produits sont fournies en toute bonne foi et se fondent sur la connaissance et l'expérience que la Société CONDENSIL a acquises à ce jour de ses produits lorsqu'ils ont été convenablement stockés, manipulés et utilisés dans des conditions normales. En pratique, les différences entre matériaux et conditions spécifiques sur site sont telles que ces informations ou toute recommandation écrite ou conseil donné n'impliquent aucune garantie de qualité marchande autre que la garantie légale contre les vices cachés. Nous sommes à votre disposition pour toute précision complémentaire. Notre responsabilité ne saurait d'aucune manière être engagée dans l'hypothèse d'une utilisation non conforme à nos renseignements. Toutes les commandes sont acceptées sous réserve de nos Conditions de Vente et de Livraison en vigueur. Les utilisateurs doivent impérativement consulter la version la plus récente de la fiche technique correspondant au produit concerné, qui leur sera remise sur demande».	



CONDENSIL
265 RUE DES EPINETTES
ZONE DES LANDIERS NORD
73000 CHAMBERY

Tél. 00 33 4 79 62 74 03
Fax 00 33 4 79 96 35 94
E-mail condensil@vicat.fr

Figure 3 : Fiche technique de la fumée de silice S95 B DM.

Laitier granulé de haut-fourneau moulu CE produit à Dunkerque

Répond à la norme européenne **NF EN 15 167-1**,

2006 : Laitier granulé de haut-fourneau moulu pour utilisation dans le béton, mortier et coulis – partie I : définitions, exigences et critères de conformité.

Le certificat CE de constance des performances **1164-CPR-LGM004** a été délivré le 21 juin 2018, par le CERIB, organisme notifié n° 1 164.

Ecocem est un laitier moulu de classe A, suivant les distinctions faites dans la norme **NF EN 206/CN**.

FABRICATION

Ecocem est produit par le séchage et le broyage du laitier granulé de haut-fourneau.

Le laitier granulé est obtenu par trempe à l'eau du laitier à la sortie des hauts-fourneaux, au moyen de granulateur.

Le **taux de vitrification moyen obtenu est supérieur à 90 %** (mesure par diffraction de rayons X).

Ecocem est livré en vrac.

CE

COMPOSITION CHIMIQUE (centésimale moyenne)

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	SO ₃	Cl ⁻	S ²⁻	Na ₂ O	K ₂ O	Na ₂ O _{eqv.}
35,1	11,1	0,4	42,1	7,0	0,8	0,1	0,03	0,6	0,21	0,43	0,48

Module chimique (CaO+MgO)/SiO₂ : > 1,25 (≥1,2 : classe A selon NF EN 206/CN)

CARACTÉRISTIQUES MECANIQUES (valeurs indicatives représentatives)

Formulation		Résistances en compression			INDICE D'ACTIVITÉ			Temps de prise initiale (min)
Ecocem	Ciment référence	7jrs	28jrs	90jrs	7jrs	28jrs	90jrs	
0%	100 %	47	58	62	—			190
50 %	50 %	33	54	70	70 %	93 %	112 %	220
Limites de la norme produit NF EN 15 167-1					≥ 45%	≥ 70%		< 2 x Tps ciment
Limites classe A selon norme NF EN 206/CN					≥ 65%	≥ 85%		

AUTRES CARACTÉRISTIQUES

Surface spécifique blaine	>4200 cm ² /g	> 2 250 cm ² /g : NF EN 15 167-1 > 4 200 cm ² /g : classe A selon NF EN 206/CN
Diamètre médian indicatif (d ₅₀)	11 µm	
Passant à 32 µm (mesuré au tamis)	≥ 95%	
Masse volumique	2,90 ± 0,03 g/cm ³	
Densité apparente	0,8 ± 0,1 g/cm ³	
Indice [CIE L*a*b*] avec CR410	L* = 87,5 (valeur indicative)	
Perte au feu (950 °C)	< 1,5 %	
Humidité (100 °C)	< 0,5 %	
Indice de concentration d'activité	0,63	

Révision : 02/2021
Les valeurs indiquées sont des valeurs moyennes, elles peuvent varier légèrement dans les limites autorisées par la norme de référence.

CONTACT

T +33 (0)4 42 90 76 30 E contact@ecocem.fr W www.ecocem.fr



Figure 4 : Fiche technique du laitier ordinaire (SL1).



SUPERFINE TECHNICAL DATA SHEET

Ecochem Superfine is a finer Ground Granulated Blastfurnace Slag to be used as a specialist additive for binders, mortars and precast that can be used to lower the carbon footprint, improve reactivity and increase durability.

Created by grinding Granulated Blastfurnace Slag (GBS) to a very high blaine, Ecochem Superfine can be added to GGBS binder products to greatly improve strengths and other final performance properties.

Superfine is a white powder and can improve finish and reduce pigment requirements. It contains no chemical additions or chromium and has a low pH making it a safe and efficient additive for your building material formulations.



OTHER VALUES

BLAINE	7000 ± 8000cm ² /g
DSO	5/µm
RELATIVE DENSITY	2.9g/cm ³
BULK DENSITY	0.8g/cm ³
ENVIRONMENTAL PRODUCT DECLARATION (EPD EN 15804)	45kg CO ₂ /tonne



BENEFITS

Ecochem Superfine is used to improve strength in various applications in particular those that already contain GGBS.

IMPROVED REACTIVITY
Superfine is ground to such a high blaine that it can activate the GGBS component of material formulations leading to higher early age strength.

WHITER COLOUR
The lighter colour of Superfine can lower your pigment requirements and improve the surface finish of your product.

IMPROVED DURABILITY
The fineness of Superfine improves the microstructure of material formulations making it more durable and better performing.

LOWER CARBON FOOTPRINT
Ecochem Superfine has a carbon footprint of 45kg CO₂ per tonne and has a verified Environmental Product Declaration.

CHEMICAL COMPOSITION

The typical chemical composition of Superfine GGBS is listed below:

SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	SO ₃	Cl ⁻	S ²⁻	Na ₂ O _{eq}
35.7	11.6	41	8.7	0.6	0.3	0.01	0.85	0.5

PHYSICAL CHARACTERISTICS

Standard Characteristics of Ecochem Superfine in combination with reference cement CEM I 42.5R:

COMBINATION		COMPREHENSIVE STRENGTH (MPa)					
Ecochem Superfine	Cem I	1 Day	2 Days	7 Days	28 Days	90 Days	
0%	100%	21	32	46	59	65	
50%	50%	8	18	43	66	79	
70%	30%	5	11	41	64	77	

Compressive strength reported in MPa measured by EN 196-1 mortar prisms.

TECHNICAL ASSISTANCE

Ecochem Superfine can be used in a variety of applications to improve performance. The Ecochem innovation team specialise in concrete, mortars and binders and can help you incorporate Superfine into your formulation. Contact us now to arrange a trial.

CERTIFICATION

Ecochem GGBS has been rigorously tested in accordance with U.S. EN 15167 GGBS Standard. The product has been issued with an EC certificate of conformity to System +1 the NSAI and carries the CE mark 0050 CPR - 00/4. A declaration of performance is available on request in accordance with the Construction Products Regulations.







Version No: 1B1

Innovation Powering Sustainability

Ecochem Materials Ltd., Black F1, East Point Office Park, Dublin 3
T +353 (0)1 678 1800 E innovation@ecochem.ie W www.ecochem.ie | www.ecochem.co.uk | www.ecochem.fr | www.ecochem.nl

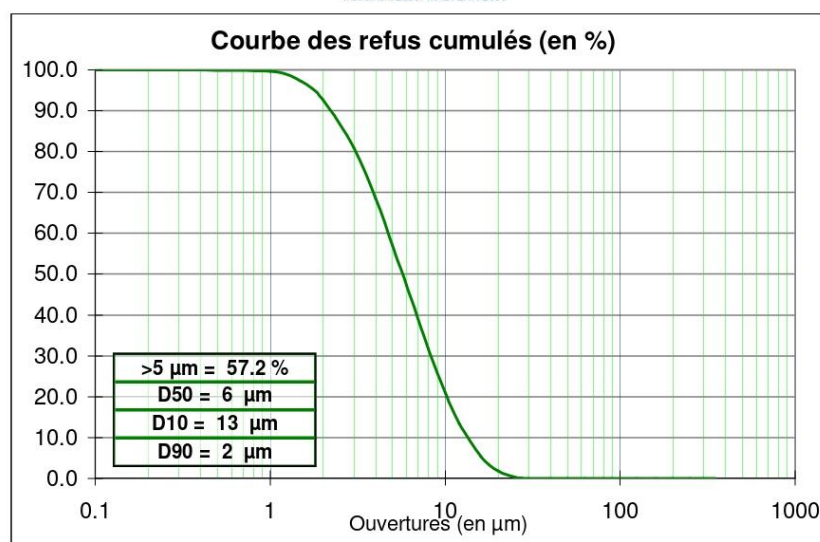
Figure 5 : Fiche technique du laitier superfin (SL2).

Analyse chimique type		
SiO ₂	sup. à	99.1 %
Fe ₂ O ₃	inf. à	487 ppm
Al ₂ O ₃	inf. à	4587 ppm
TiO ₂	inf. à	233 ppm
CaO	inf. à	297 ppm
K ₂ O	inf. à	3054 ppm

Caractéristiques physiques type		
Densité réelle	(Pycnomètres)	2,65
Dureté	(Mohs)	7
Indice de réfraction		1,54 à 1,55
Densité		#0,50
Surface spécifique BLAINE	(cm ² /g)	10435
Absorption d'huile (ISO 787/5-1980)	en g/100 g	#32
Humidité sortie usine	(%)	maxi 0,1
Perte au feu	(%)	maxi 0,2
pH		7 à 8,5
Couleur L*		92,62
Couleur a*		0,54
Couleur b*		2,55

Granulométrie moyenne statistique (valeurs indicatives)

Instrument Laser MALVERN 2000



D10 = 10% de la courbe > à µm
 D90 = 90% de la courbe > à µm



CENTRE DE PRODUCTION DE COMPIEGNE
 2 Avenue Louis Barbillon BP 10421
 60204 Compiègne Cedex
 Tel : +33 (0)3 44 38 62 00 Fax : +33 (0)3 44 40 11 66

SIEGE SOCIAL ET DIRECTION COMMERCIALE
 141 Avenue de CLICHY 75848 PARIS Cedex 17
 Tel : +33 (0)1 53 76 82 00 Fax : +33 (0)1 42 25 32 23
 site web : www.Sibelco.fr

Ref : 2013-1

Figure 6 : Fiche technique du quartz concassé C500.



NOTICE PRODUIT

Sika® ViscoCrete® Krono-20 HE

SUPERPLASTIFIANT/HAUT RÉDUCTEUR D'EAU POUR L'INDUSTRIE DE LA PRÉ-FABRICATION.



INFORMATIONS SUR LE PRODUIT

Sika® ViscoCrete® Krono-20 HE est un superplastifiant haut réducteur d'eau de nouvelle génération non chloré, à base de copolymère acrylique, qui se présente sous la forme d'un liquide jaune.

DOMAINES D'APPLICATION

Sika® ViscoCrete® Krono-20 HE est parfaitement adaptée à l'industrie de la préfabrication.

Sika® ViscoCrete® Krono-20 HE permet la fabrication de :

- bétons fermes à auto-plaçants
- bétons auto-plaçants confectionnés avec ou sans additifs normalisés
- bétons à faibles rapports E/C avec ou sans fumée de silice
- bétons étuvés ou non.

CARACTÉRISTIQUES / AVANTAGES

Sika® ViscoCrete® Krono-20 HE offre les avantages suivants :

- très forte réduction d'eau
- très forte résistance initiale
- parement soigné
- amélioration de la durabilité par la diminution du rapport E/C.
- amélioration de la productivité :
- crantage ou grillage rapide
- confection de bétons auto-plaçants et suppression de la vibration
- confection de bétons vibrés ou à démoulage immédiat avec réduction du temps de vibration et amélioration de la compaction du béton
- réduction de la température et de la durée d'étuvage
- double ou triple cycle de rotation des moules.

AGRÈMENTS / NORMES

Sika® ViscoCrete® Krono-20 HE est conforme à la Norme NF-EN 934-2 Tab. 3.1 et 3.2.

DESCRIPTION DU PRODUIT

Conditionnement	• Bidon de 20 litres • Fût de 204 litres • Conteneur de 1000 litres • Vrac.
Aspect / Couleur	Liquide jaunâtre
Durée de Conservation	12 mois dans son emballage intact.
Conditions de Stockage	A l'abri du gel. En cas de gel accidentel, le produit retrouve ses qualités d'origine une fois dégelé lentement et réhomogénéisé.
Densité	1,085 ± 0,020
Valeur pH	4,5 ± 1,0

Notice Produit
Sika® ViscoCrete® Krono-20 HE
Mars 2023, Version 01.02
021360103/00000001-01

Extrait Sec	41,0 ± 1,5% (NF EN 480-8)
	41,0 ± 2,0% (méthode halogène selon NF D85)
Teneur Totale en Ions Chlorure	≤ 0,1%
Équivalent Oxyde de Sodium	≤ 1%

RENSEIGNEMENTS SUR L'APPLICATION

Dosage	Plage de dosage : 0,1 à 5,0% du poids du liant ou du ciment selon la fluidité et les performances recherchées.
--------	--

INSTRUCTIONS POUR L'APPLICATION

Sika® ViscoCrete® Krono-20 HE est ajouté de préférence dans un béton préalablement mouillé, il est recommandé dans ce cas de prolonger le malaxage pendant environ 30 secondes pour obtenir une efficacité maximum.

Sika® ViscoCrete® Krono-20 HE peut également être ajouté dans l'eau de gâchage.

VALEURS DE BASE

Toutes les valeurs indiquées dans cette Notice Produit sont basées sur des essais effectués en laboratoire. Les valeurs effectives mesurées peuvent varier du fait de circonstances indépendantes de notre contrôle.

RESTRICTIONS LOCALES

Veuillez noter que du fait de réglementations locales spécifiques, les données déclarées pour ce produit peuvent varier d'un pays à l'autre. Veuillez consulter la Notice Produit locale pour les données exactes sur le produit.

ÉCOLOGIE, SANTÉ ET SÉCURITÉ

Pour obtenir des informations et des conseils sur la manipulation, le stockage et l'élimination en toute sécurité des produits chimiques, les utilisateurs doivent consulter la fiche de données de sécurité (FDS) la plus récente contenant les données physiques, écologiques, toxicologiques et autres données relatives à la sécurité. Nos FDS sont disponibles sur www.quickdds.com et sur le site www.sika.fr

INFORMATIONS LÉGALES

Les informations, et en particulier les recommandations concernant les modalités d'application et d'utilisation finale des produits Sika sont fournies en toute bonne foi et se fondent sur la connaissance et l'expérience que Sika a acquises à ce jour de ses produits lorsqu'ils ont été convenablement stockés, manipulés et appliqués dans des conditions normales, conformément aux recommandations de Sika. En pratique, les différences entre matériaux, substrats et conditions spécifiques sur site sont telles que ces informations ou recommandations écrites, ou autre conseil donné, n'impliquent aucune garantie de qualité marchande autre que la garantie légale contre les vices cachés, ni aucune garantie de conformité à un usage particulier, ni aucune responsabilité découlant de quelque relation juridique que ce soit. L'utilisateur du produit doit vérifier par un essai sur site l'adaptation du produit à l'application et à l'objectif envisagé. Sika se réserve le droit de modifier les propriétés de ses produits. Notre responsabilité ne saurait d'aucune manière être engagée dans l'hypothèse d'une application non conforme à nos recommandations. Les droits de propriété détenus par des tiers doivent impérativement être respectés. Toutes les commandes sont soumises à nos conditions générales de vente et de livraison en vigueur. Les utilisateurs doivent impérativement consulter la version la plus récente de la Notice Produit correspondant au produit concerné, accessible sur internet ou qui leur sera remise sur demande.

SIKA FRANCE S.A.S.
84 rue Edouard Vaillant
93863 LES ROSSIGNOLS
FRANCE
Tél : 01 49 90 80 00
Fax : 01 49 90 81 00
www.sika.fr



Notice Produit
Sika® ViscoCrete® Krono-20 HE
Mars 2023, Version 01.02
021360103/00000001-01

SikaviscoCreteKrono 20HE-FR-01 (03-2023) 1-2.pdf



Figure 7 : Fiche technique du superplastifiant Sika Viscocrete Krono- 20 HE.